

THERMOPLASTIC SUPERABSORBENT POLYMER BLEND COMPOSITIONS AND THEIR PREPARATION**Publication number:** JP2004504446T**Publication date:** 2004-02-12**Inventor:****Applicant:****Classification:**






- international: *A61F13/53; A61F5/44; A61F13/49; A61L15/22; A61L15/48; A61L15/60; B01J20/26; C08J3/24; C08L101/02; C08L101/14; B01J20/28; A61F5/44; A61F13/15; A61L15/16; B01J20/22; C08J3/24; C08L101/00; B01J20/28; (IPC1-7): A61F5/44; C08L101/14; A61F13/49; A61F13/53; A61L15/60; C08L101/02*

- european: *A61L15/22M; A61L15/48; A61L15/60; B01J20/26; C08J3/24H; C08L101/14*

Application number: JP20020513523T 20010711

Priority number(s): US20000220529P 20000724; WO2001US21869 20010711

Also published as:

 WO0207791 (A3)
 WO0207791 (A2)
 MXPA03000200 (A)
 EP1311620 (A0)
 CA2414197 (A1)

more >>

Report a data error here

Abstract not available for JP2004504446T

Abstract of corresponding document: **WO0207791**

An extrudable thermoplastic superabsorbent polymer blend composition is disclosed. The blend compositions are especially well suited for preparation of extruded or molded articles such as monolayer films, multilayer films, nonwoven webs, sheets, foams, profiles, multilayer laminates, fibers, tubes, rods or pipes which in turn are well suited for preparation of power and communication cables or disposable absorbent articles such as diapers, sanitary napkins, tampons, incontinence products, hospital gowns or bed pads.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

(18) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2004-504446

(P2004-504446A)

(43) 公表日 平成16年2月12日(2004.2.12)

(51) Int. Cl.⁷

F I

テーマコード(参考)

C08L 101/14

C08L 101/14

3B029

A61F 13/49

C08L 101/02

4C003

A61F 13/53

A41B 13/02

D

4C098

A61L 15/00

A61F 13/20

322

4J002

C08L 101/02

A61F 13/18

307A

審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全70頁) 最終頁に続く

- (21) 出願番号 特願2002-513523 (P2002-513523)
 (86) (22) 出願日 平成13年7月11日(2001.7.11)
 (85) 翻訳文提出日 平成15年1月24日(2003.1.24)
 (86) 国際出願番号 PCT/US2001/021869
 (87) 国際公開番号 W02002/007791
 (87) 国際公開日 平成14年1月31日(2002.1.31)
 (31) 優先権主張番号 60/220,529
 (32) 優先日 平成12年7月24日(2000.7.24)
 (33) 優先権主張国 米国(US)

- (71) 出願人 502141050
 ダウ グローバル テクノロジーズ イン
 コーポレイティド
 アメリカ合衆国, ミシガン 48674,
 ミッドランド, ワシントン ストリート,
 1790 ビルディング
 (74) 代理人 100077517
 弁理士 石田 敬
 (74) 代理人 100082624
 弁理士 鶴田 準一
 (74) 代理人 100087871
 弁理士 橋本 稔
 (74) 代理人 100082898
 弁理士 西山 雅也

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 熱可塑性超吸収性ポリマーブレンド組成物および該組成物の調製

(57) 【要約】

押出性熱可塑性超吸収性ポリマーブレンド組成物が開示されている。ブレンド組成物は、単一層フィルム、多層フィルム、不織ウェブ、シート、発泡体、異形材、多層貼合せ体、繊維、チューブ、ロッドまたはパイプなどの押出品または成形品の調製のために特に適合し、それらの物品は、次に、電力ケーブルおよび通信ケーブル、またはおむつ、衛生用ナプキン、タンポン、失禁製品、病院着またはベッドパッドなどの使い捨て吸収品の調製のために特に適合する。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

(a) 一種以上の超吸収性ポリマーおよび (b) (a) とイオン相互作用または共有相互作用する官能基を含む一種以上の熱可塑性樹脂を含む押出性熱可塑性超吸収性ポリマーブレンド組成物。

【請求項 2】

約 0.1 ～ 約 300 g / 10 分の間のメルトフローレートを与える温度条件および加荷重条件下で、約 5 ～ 約 100 フィート / 分の間の熔融引落速度および約 0.1 ～ 約 10 の間の熔融張力を有する請求項 1 に記載の押出性熱可塑性超吸収性ポリマーブレンド組成物。

【請求項 3】

前記超吸収性ポリマーは水溶性 α 、 β -エチレン系不飽和モノマーから調製される請求項 1 に記載の押出性熱可塑性超吸収性ポリマーブレンド組成物。

【請求項 4】

前記 α 、 β -エチレン系不飽和モノマーは、モノカルボン酸、ビニルポリカルボン酸、アクリルアミドまたはそれらの混合物である請求項 3 に記載の押出性熱可塑性超吸収性ポリマー。

【請求項 5】

前記超吸収性ポリマーは、セルロース系-グラフトコポリマー、澱粉-グラフトコポリマー、澱粉-g-ポリ(アクリル酸)、ポリアクリルアミド、ポリビニルアルコール、ポリ(アクリル酸)、スルホン酸基含有モノマーのコポリマーまたはそれらの混合物である請求項 1 に記載の押出性熱可塑性超吸収性ポリマーブレンド組成物。

【請求項 6】

架橋され、部分的に中和され、表面処理され、あるいはそれらの組み合わせが行われた請求項 5 の記載の超吸収性ポリマー。

【請求項 7】

前記熱可塑性樹脂は、ポリアクリル酸、エチレン-アクリル酸コポリマー、エチレン- α -ブチルアクリレート-アクリル酸ターポリマー、エチレン-メタクリル酸コポリマー、エチレン-メタクリル酸コポリマーのイオノマー、エチレン-酢酸ビニル-酸化炭素ターポリマー、エチレン- α -酸化炭素コポリマー、エチレン-アクリル酸- α -酸化炭素ターポリマー、エチレン- α -ブチルアクリレート- α -酸化炭素ターポリマーまたはそれらのブレンドである請求項 1 に記載の押出性熱可塑性超吸収性ポリマーブレンド組成物。

【請求項 8】

界面活性剤をさらに含む請求項 1 に記載の押出性熱可塑性超吸収性ポリマーブレンド組成物。

【請求項 9】

ポリエチレン、ポリエチレンのコポリマー、ポリプロピレン、ポリプロピレンのコポリマーまたはポリスチレンをさらに含む請求項 1、3 または 8 のいずれか 1 項に記載の押出性熱可塑性超吸収性ポリマーブレンド組成物。

【請求項 10】

押出性熱可塑性超吸収性ポリマーブレンド組成物を調製する方法であって、(a) 一種以上の超吸収性ポリマーおよび (b) (a) とイオン相互作用または共有相互作用する官能基を含む一種以上の熱可塑性樹脂を組み合わせる工程を含む方法。

【請求項 11】

(c) 界面活性剤を組み合わせる工程をさらに含む請求項 10 に記載の方法。

【請求項 12】

押出性熱可塑性超吸収性ポリマーブレンド組成物の押出品または成形品を製造する方法であって、1) (a) 一種以上の超吸収性ポリマーおよび (b) (a) とイオン相互作用または共有相互作用する官能基を含む一種以上の熱可塑性樹脂を含む押出性熱可塑性超吸収性ポリマー組成物を調製する工程と、2) 前記熱可塑性超吸収性ポリマー組成物を押出品または成形品に押出するか、または成形する工程とを含む方法。

10

20

30

40

50

【請求項 13】

前記超吸収性ポリマー組成物は(c)界面活性剤をさらに含む請求項12に記載の方法。

【請求項 14】

前記押出品は、単一層フィルム、多層フィルム、不織ウェブ、シート、発泡体、異形材、多層貼合せ体、繊維、チューブ、ロッドまたはパイプである請求項12または13に記載の方法。

【請求項 15】

前記押出品は、モノフィラメント繊維、複合モノフィラメント繊維、スパンボンド不織ウェブ、メルトブロー不織ウェブ、またはそれらの組み合わせを含む複合材である請求項12または13に記載の方法。

10

【請求項 16】

前記押出品は、一種以上の複合繊維を含むスパンボンド不織ウェブ、一種以上の複合繊維を含むメルトブロー不織ウェブ、または一種以上のスパンボンド不織ウェブの少なくとも一層の層と一種以上のメルトブロー不織ウェブの少なくとも一層の層とを含む複合材構造体であって、前記複合材の一層以上の層が複合繊維を含む複合材構造体、を含む不織ウェブである請求項12または13に記載の方法。

【請求項 17】

押出品または成形品の形をとる請求項1または8に記載の組成物。

【請求項 18】

単一層フィルム、多層フィルム、不織ウェブ、シート、発泡体、異形材、多層貼合せ体、繊維、チューブ、ロッドまたはパイプである請求項17に記載の押出品または成形品。

20

【請求項 19】

モノフィラメント繊維、複合モノフィラメント繊維、スパンボンド不織ウェブ、メルトブロー不織ウェブ、またはそれらの組み合わせを含む複合材である請求項17に記載の押出品または成形品。

【請求項 20】

一種以上の複合繊維を含むスパンボンド不織ウェブ、一種以上の複合繊維を含むメルトブロー不織ウェブ、または一種以上のスパンボンド不織ウェブの少なくとも一層の層と一種以上のメルトブロー不織ウェブの少なくとも一層の層とを含む複合材構造体であって、前記複合材の一層以上の層が複合繊維を含む複合材構造体、を含む不織ウェブである請求項17に記載の押出品または成形品。

30

【請求項 21】

金属に貼合せた請求項18に記載の単一層フィルムまたは多層フィルム。

【請求項 22】

請求項21に記載の金属貼合せ体を含む電力ケーブル。

【請求項 23】

請求項21に記載の金属貼合せ体を含む通信ケーブル。

【請求項 24】

請求項18に記載の単一層フィルムまたは多層フィルムを含む電力ケーブル。

【請求項 25】

請求項18に記載の単一層フィルムまたは多層フィルムを含む通信ケーブル。

40

【請求項 26】

請求項18に記載の押出品または成形品を含む使い捨て吸収用具。

【請求項 27】

おむつ、衛生用ナプキン、タンポン、失禁製品、病院着またはベッドパッドである請求項26に記載の使い捨て吸収用具。

【請求項 28】

請求項19に記載の押出品または成形品を含む使い捨て吸収用具。

【請求項 29】

おむつ、衛生用ナプキン、タンポン、失禁製品、病院着またはベッドパッドである請求項

50

28に記載の使い捨て吸収用具。

【請求項30】

請求項20に記載の押出品または成形品を含む使い捨て吸収用具。

【請求項31】

おむつ、衛生用ナプキン、タンポン、失禁製品、病院着またはベッドパッドである請求項30に記載の使い捨て吸収用具。

【発明の詳細な説明】

【0001】

本発明は、超吸収性ポリマーを含む熱可塑性ポリマーブレンド組成物および該組成物を調製する方法に関する。

【0002】

超吸収性ポリマーは、おむつなどのパーソナルケア製品から建築産業における水バリア用途、通信ケーブルにおける水遮断剤、食品包装系における液体吸収剤に至る様々な用途で用いられる周知された材料である。これらのポリマーは、例えば、水分、水、塩水、尿、血液および漿液性体液を自重の数倍吸収することが知られている。

【0003】

吸収用具内で超吸収性ポリマー粒子を用いることに関わる問題の一つは、超吸収性ポリマー粒子の保持または固定である。特定の吸収用具に応じて、超吸収性ポリマー粒子を保持または固定するために様々なアプローチが講じられてきた。例えば、おむつ、衛生用ナプキン、タンポンおよび失禁製品などの使い捨て吸収製品は、典型的には、ライナーで包まれたマットまたはパッドを含み、ここでパッドは、通常、米国特許3,670,731号に見られる粒状形をとった超吸収性ポリマーを含む。しかし、時にはシェークアウトと呼ばれる粒子の損失および／または用具内の粒子の再配分は多くの場合に起きる。

【0004】

シェークアウトを減少させようとする試みは米国特許4,806,598号で教示されており、この特許には、第三のセグメントとの反応を通してハードセグメントに結合されたソフトセグメントを含むポリオキシエチレン超吸収剤と熱可塑性ポリマーとを含む熱可塑性ポリマー組成物から製造された不織ウェブが開示されている。しかし、ポリオキシエチレン超吸収剤と熱可塑性ポリマーとの間に殆ど相互作用がなく、ブレンドは相分離に対して安定ではない。さらに、熱可塑性ポリマー組成物から製造されたウェブは適切な湿潤強度を示さず、そして熱可塑性ポリマー組成物の一部を低密度ポリエチレンに置き換えることによるウェブの湿潤強度を改善しようとする試みは、ウェブの吸水性を実質的に低下させるという結果となっている。

【0005】

電力ケーブルおよび通信ケーブルの用途において、水遮断剤として超吸収性ポリマーを結合または固定するために、様々なアプローチが試みられてきた。例えば、超吸収性ポリマーと高分子結合剤を混合し、その後、混合物を不織布上に塗布することにより製造された水遮断テープを開示している米国特許4,966,809号、ケーブルのワイヤ間の空間を満たすために用いられるゲルを形成させるためにチキントロピ剤と混合された超吸収性ポリマーを開示している米国特許5,461,195号、または、超吸収剤を含むホットメルト接着剤が被覆または含浸された強化部材または緩衝チューブを開示している米国特許5,925,461号を参照すること。

【0006】

超吸収性ポリマーと結合剤の混合物は、製造温度および運転温度の制約、混合物を塗布する基材への接着性の欠如、物品を引張方向に引っ張る時の離層、物品を二次加工する時に摩擦の一因となることなどの多くの欠点および／または制約によって特徴付けられる。さらに、テープは、ケーブルの組立に際して追加部品を付加し、よってケーブルのコストおよび直径の好ましくない相당한増加を引き起こす。充填剤ゲルを用いるケーブルは、製造温度および運転温度の制約、水移動の通路になる空隙の形成、および工業標準を満たすことの困難さなどの多くの欠点および／または制約によって特徴付けられる。

【0007】

超吸収性ポリマーを結合するための他の方法は知られている。例えば、ウェブに成形される不連続繊維を超吸収剤の粒子を結合する熱硬化性結合剤材料で被覆する方法を開示している米国特許5,516,585号を参照すること。米国特許4,392,908号に記載された方法において、超吸収性ポリマー粒子を熱可塑性樹脂で被覆し、粒子の熱可塑性被膜を軟化させるために熱を加え、粒子および基材を押し付けて粒子を基材に結合させることにより吸水性基材に固定する。これらの方法は特殊な装置および／または多くの工程を要するので高価であり、商業的応用性は限定的である。

【0008】

さらに、超吸収性ポリマーのフィルムおよび貼合せ体は、超吸収性ポリマーの溶液の調製、その後の加熱および／または溶媒の除去から製造されてきた。架橋された超吸収性ポリマーのフィルムおよび貼合せ体の例については、米国特許3,926,891号、4,076,673号および4,117,184号を参照すること。架橋されていない超吸収性ポリマーフィルムの例については、米国特許3,935,099号、3,997,484号および4,090,013号を参照すること。米国特許3,669,103号には、超吸収性ポリマー粒子を含む薄い発泡ポリウレタン熱硬化シートを製造する方法が記載されている。残念なことに、フィルム、貼合せ体およびシートを形成させるこれらの方法は大規模商業用途には実用的でない。

【0009】

良好な吸収特性を維持しつつ、パーソナルケア製品およびケーブル包み部品などの吸収用具中で用いるために超吸収性ポリマー粒子の保持が改善された超吸収性ポリマー組成物を有することが望ましいであろう。さらに、特に商業規模で、こうした超吸収性ポリマー組成物を様々な有用な形に容易且つ便利に造形することが望ましいであろう。

【0010】

本発明は、こうした組成物である。本発明は、(a)超吸収性ポリマー、(b)熱可塑性樹脂および任意に(c)界面活性剤を含む熱可塑性超吸収性ポリマーブレンド組成物であって、成分(a)および(b)が互いにイオン相互作用または共有相互作用し、例えば、フィルム、シート、貼合せ体、発泡体、異形材および射出成形品に押出によってブレンド組成物を成形することができる熱可塑性超吸収性ポリマーブレンド組成物である。

【0011】

もう一つの態様において、本発明は、上述した押出性熱可塑性超吸収性ポリマーブレンド組成物を調製する方法である。

【0012】

別の態様において、本発明は、上述した押出性熱可塑性超吸収性ポリマーブレンド組成物を押し出すか、または成形する方法を含む。

【0013】

なお別の態様において、本発明は、上述した押出性熱可塑性超吸収性ポリマーブレンド組成物の押出品(例えば、フィルム、シート、発泡体および貼合せ体)または成形品を含む。

【0014】

なお別の態様において、本発明は、上述した押出性熱可塑性超吸収性ポリマーブレンド組成物の押出品または成形品を含む物品を含む。

【0015】

本発明のブレンド組成物ならびに押出品および成形品は、例えば、ケーブル包み部品、および衛生用ナプキン、使い捨ておむつ、病院着またはベッドパッドなどの様々な使い捨て吸収品の集成または組立などの、技術上周知されているような様々な用途で用いてよい。

【0016】

本発明において適切に使用できる超吸収性水膨潤性親水性ポリマーまたは超吸収性軽度架橋親水性ポリマーは、大量の流体を吸収できる既知の親水性ポリマーのいずれであることも可能である。これらのポリマーは技術上周知されており、広く市販されている。

10

20

30

40

50

【0017】

適する幾つかのポリマーおよびゲル重合プロセスを含む超吸収性ポリマーを調製するためのプロセスの例は、米国特許3,997,484号、3,926,891号、3,935,099号、4,090,013号、4,093,776号、4,340,706号、4,446,261号、4,683,274号、4,459,396号、4,708,997号、4,076,663号、4,190,562号、4,286,082号、4,857,610号、4,985,518号および5,145,906号で開示されている。さらに、Buchholz, F. L. and Graham, A. T., 「Modern Superabsorbent Polymer Technology」, John Wiley & Sons (1998) および Lisa Brannon-Peppas and Ronald S. Harland, 「Absorbent Polymer Technology」, Elsevier (1990) を参照すること。

10

【0018】

好ましい超吸収性ポリマーは、モノカルボン酸、ビニルポリカルボン酸、アクリルアミドおよびそれらの誘導体などの水溶性 α 、 β -エチレン系不飽和モノマーから調製される。より好ましい超吸収性ポリマーは、セルロース系-グラフトコポリマー、または澱粉- α -ポリ(アクリロニトリル)および澱粉- α -ポリ(アクリル酸)などの澱粉-グラフトコポリマー、ポリアクリルアミド、ポリビニルアルコール、ポリ(アクリル酸)、エチレンオキシド(EO)およびプロピレンオキシド(PO)の高分子量ポリマー、好ましくは架橋高分子量ポリマー、ビニルスルホン酸、スルホエチルメタクリル酸ナトリウム、2-アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸またはナトリウム塩(AMPS)などのスルホン酸基含有モノマーのコポリマーである。

20

【0019】

最も好ましい超吸収性ポリマーは、架橋されていたり、部分的に中和されていたり、および/または表面処理されていたりする。好ましくは、架橋のレベルは、特定の用途向けに所望の膨潤特性を与えるように選択される。中和度は、一般には30~100%、より好ましくは50~80%である。ナトリウムなどの第一族金属イオンを含む塩基性物質による中和が好ましい。好ましい表面処理は、超吸収性ポリマーの表面架橋を行うためのポスト重合反応から成る。

30

【0020】

本発明による熱可塑性超吸収性ポリマーブレンド組成物中に含めるべき超吸収性ポリマーの量は、例えば、用いられる超吸収性ポリマーの種類、用いられる熱可塑性樹脂の種類、所望の押出品または成形品、押出品または成形品の最終使用用途、最終使用用途における水および/または他の流体の所望の遮断レベル、吸収レベルまたは移行の停止レベルに応じて異なる。

【0021】

超吸収性ポリマーは、熱可塑性超吸収性ポリマーブレンド組成物の重量を基準にして約1部/重量以上、好ましくは5部/重量以上、より好ましくは10部/重量以上、さらにより好ましくは15部/重量以上、最も好ましくは20部/重量以上の量で存在する。超吸収性ポリマーの量は、熱可塑性超吸収性ポリマーブレンド組成物の重量を基準にして70部/重量以下、好ましくは65部/重量以下、より好ましくは60部/重量以下、さらにより好ましくは55部/重量以下、最も好ましくは50部/重量以下の量で存在する。

40

【0022】

本発明のブレンド組成物は、超吸収性ポリマーに加えて、超吸収性ポリマーと相互作用する(すなわち、イオン相互作用、共有相互作用)少なくとも一種の熱可塑性樹脂を含有する。例えば、-OH、-Cl、-OOCR、-NH₂または-ORなどの脱離基が、超吸収性ポリマー中に存在する別の塩基性基で置換される置換反応を生じさせる求核性攻撃を受けうるアシル基を有する熱可塑性樹脂。もう一つの例は、陽子を獲得するとともに超吸収性ポリマー中に存在する別の塩基性基を付加する求核性攻撃を受けうるカルボニル基を含む熱可塑性樹脂である。これらの条件下で、熱可塑性樹脂と超吸収性ポリマーの反応生

50

成物は、均一および／または共連続性の非分離ポリマーブレンドを形成させることが可能である。

【0023】

好ましい熱可塑性樹脂は、アシル基またはカルボニル基（例えば、 α 、 β -不飽和カルボニル化合物、ヒドロキシ酸、ジカルボン酸、ケト酸、酸無水物、カルボン酸、アルデヒド、ケトン、酸ハロゲン化合物、エステル、アミドなど）、スルホニル、スルホニルハロゲン化合物、エーテル、フェノール、アリールハロゲン化合物、エポキシド、炭水化物、アルコール、アジドおよびアミンなどの官能基を有する。

【0024】

好ましい熱可塑性樹脂はアクリルポリマーであり、ポリアクリル酸（PAA）、エチレン-アクリル酸コポリマー（EAA）、エチレン-*t*-ブチルアクリレート-アクリル酸ターポリマー（EtBAAA）、エチレン-メタクリル酸コポリマー（EMAA）、エチレン-メタクリル酸コポリマーのイオノマー、特にナトリウムおよび亜鉛イオノマー、エチレン-酢酸ビニル-酸化炭素ターポリマー（EVACO）、エチレン-酸化炭素コポリマー（ECO）、エチレン-アクリル酸-酸化炭素ターポリマー（EAACO）、エチレン-*n*-ブチルアクリレート-酸化炭素ターポリマー（EnBACO）およびそれらのブレンドが最も好ましい。

【0025】

最も好ましい熱可塑性樹脂は、1) EAAコポリマーであって、EAAコポリマーがコポリマーの重量を基準にして好ましくは10～20重量%のアクリル酸の組成および190℃と2.16kgの加荷重の条件下で100～200グラム/10分（g/10分）のメルトフローレート（MFR）を有する一種以上のEAAコポリマーのブレンドであってよいEAAコポリマー、2) EMAAのイオノマー、好ましくは亜鉛イオノマー、3) 好ましくはターポリマーの重量を基準にして少なくとも9重量%の一酸化炭素含有率を有するEVACO、または4) それらのブレンドである。

【0026】

熱可塑性樹脂は、熱可塑性超吸収性ポリマーブレンド組成物の重量を基準にして30部/重量以上、好ましくは35部/重量以上、より好ましくは40部/重量以上、さらにより好ましくは45部/重量以上、最も好ましくは50部/重量以上の量で存在する。熱可塑性樹脂の量は、熱可塑性超吸収性ポリマーブレンド組成物の重量を基準にして99部/重量以下、好ましくは95部/重量以下、より好ましくは90部/重量以下、さらにより好ましくは85部/重量以下、最も好ましくは80部/重量以下の量で存在する。

【0027】

本発明が二種以上の超吸収性ポリマーを含むブレンドおよび／または二種以上の熱可塑性樹脂のブレンド（例えば、EAA/EVACO、EMAA/EAA、第1のEAA/第2のEAA）を考慮していることは当業者に対して明らかであろう。

【0028】

本発明のブレンド組成物が少なくとも一種の超吸収性ポリマーを含有する一方で、こうしたブレンド組成物は、ブレンド組成物中の超吸収性ポリマーのレベルおよび吸収性ならびに水性媒体への超吸収性ポリマーの可用性に応じて、超吸収性であってもよく、または超吸収性でなくてもよい。

【0029】

本発明のブレンド組成物は、他の熱可塑性ポリマー、好ましくは、低密度ポリエチレン（LDPE）、線状低密度ポリエチレン（LLDPE）、超低密度ポリエチレン（VLDPE）、ポリプロピレン（PP）、ポリスチレン（PS）、エチレン-メチルアクリレートコポリマー（EMA）、エチレン-エチルアクリレートコポリマー（EEA）、エチレン-*n*-ブチルアクリレートコポリマー（EnBA）、無水マレイン酸がグラフトされたポリエチレン（PE-g-MAH）、エチレン-酢酸ビニルコポリマー（EVA）、無水マレイン酸がグラフトされたエチレン-酢酸ビニルコポリマー（EVA-g-MAH）またはそれらの組み合わせとさらにブレンドすることが可能である。

【0030】

本発明のブレンド組成物は、滑剤、増量剤、相溶剤、可塑剤、低分子量ワックス、高分子量ワックス、界面活性剤、安定剤、顔料、カーボンブラック、ならびにタルク、二酸化チタン (TiO_2)、炭酸カルシウム (CaCO_3)、酸化マグネシウム (MgO) およびマイカなどの充填剤などの、この種の組成物中で一般に用いられる別の添加剤をさらに含んでよい。

【0031】

本発明のブレンド組成物は、分散液またはペーストを生じさせるために溶媒とさらにブレンドしてよい。当業者は、特定の最終使用用途に応じて溶媒の種類と量を容易に選択することができる。

【0032】

本明細書で用いられる「押出性熱可塑性超吸収性ポリマーブレンド組成物」という言葉は、(1)ブレンド組成物が押出成形プロセス、射出成形プロセスおよび/またはブロー成形プロセスで溶融加工性であり、(2)押出物がペレットに変えられるか、あるいは押出加工技術によって直接押し出されるか、または直接成形されるかのいずれかであり、(3)ペレットが測定可能なメルトフローレート、溶融引落速度、および溶融張力と時には呼ばれる溶融強度を有し、そして(4)ペレットを押出加工技術によって再押出することが可能であることを意味する。好ましくは、本発明のブレンド組成物は、押出プロセス中に、目詰まり、ダイ面堆積、サージング、メルトフラクチャー、ピンホール、引裂きおよび/または劣った押出物特性(すなわち、ストランド滴下、離層)を引き起こさない。

【0033】

メルトインデックス測定装置は、メルトフローレート(MFR)、溶融張力および引落速度を決定するために用いられる。MFRは、ASTM D1238によって決定され；運転条件(すなわち、温度および加荷重)は用いられる熱可塑性樹脂に応じて決まる。溶融張力は、フィート/分(fpm)で測定される所定のある速度でリールを巻取るためにメルトインデックス測定装置のダイから押出物を引っ張るのに要した荷重を測定するメルトインデックス測定装置の底に装着されたロードセルから決定される。引落速度(fpm)は、メルトインデックス測定装置から出る押出物を押出物が破壊するより先にいかに速く引っ張ることができるかによって決定される。MFR条件が0.1~300g/10分の間のMFRを与えるように選択される時、熱可塑性超吸収性ポリマーブレンド組成物は、5~100fpmの間の溶融引落速度および0.1~10の間の溶融張力を有する。

【0034】

押出されたブレンド組成物の成分は、相分離がブレンド組成物の溶融加工性にも性能にも有意な悪影響を及ぼさないかぎり、共連続相または分離相(一相が連続で1相以上が前記一相に分散されている)であることが可能である。

【0035】

好ましい押出加工技術には、メルトブローフィルムまたはキャストフィルム、押出被覆、スパンボンド不織ウェブ、メルトブロー不織ウェブまたはそれらの組み合わせを含む複合材を含む(共)押出不織ウェブ、シート、発泡体、異形材、多層貼合せ体、モノフィラメント繊維および複合モノフィラメント(bicomponent monofilament)繊維を含む繊維、チューブ、ロッドまたはパイプ、ブロー成形品、射出成形品(無空気射出成形、共射出成形、構造発泡射出成形およびガスアシスト射出成形を含む)の調製が含まれる。好ましい不織ウェブは、一種以上の複合繊維を含むスパンボンド不織ウェブ、一種以上の複合繊維を含むメルトブロー不織ウェブ、および一種以上のスパンボンド不織ウェブの少なくとも一層の層と一種以上のメルトブロー不織ウェブの少なくとも一層の層を含む複合材構造体であって、前記複合材の一層以上の層が複合繊維を含む複合材構造体を含む。

【0036】

本発明の熱可塑性超吸収性ポリマーブレンド組成物は、化学発泡剤または物理発泡剤を用いて発泡体に押出することが可能である。さらに、熱可塑性超吸収性ポリマーは、LDPE

10

20

30

40

50

、LLDPE、VLDPE、PP、PS、EEA、EMA、ENBA、PE-g-MAH、EVAまたはEVA-g-MAHなどの他の混和性熱可塑性ポリマーまたは相溶性熱可塑性ポリマーとブレンドすることを可能である。当業者は、必要に応じて熱可塑性超吸収性ポリマー発泡体の気泡サイズ、構造、気孔率、微小気泡的性質および吸収性の特性を改良するために特定の最終用途向けに熱可塑性超吸収性ポリマーとブレンドする発泡剤および他のポリマーの種類および量を選択することが可能である。

【0037】

発泡体を製造するためのブレンド組成物は、滑剤、増量剤、核剤、相溶化剤、可塑剤、低分子量ワックス、高分子量ワックス、界面活性剤、安定剤、顔料、カーボンブラック、ならびにタルク、 TiO_2 、 $CaCO_3$ 、 MgO およびマイカなどの充填剤などの、この種の組成物中で一般に用いられる別の添加剤をさらに含んでよい。

【0038】

さらに、押出ペレットまたは押出シートは、圧縮成形、カレンダー成形、真空成形または熱成形することが可能である。本発明の熱可塑性超吸収性ポリマーブレンド組成物の調製は、技術上知られている適するいかなる混合手段によっても実行することが可能である。典型的には、成分および一切の別の添加剤は、それらの完全分配を得るのに十分な攪拌を用いて粉状、粒状および／またはペレット状でタンブラーまたはシェーカー内でブレンドされる。ドライブレンドされた配合物は、例えば、真空または非真空の押出機内で、または他の混合装置（例えば、バンバリーミキサー、ローミル、ヘンシェルミキサー、リボンミキサー）内で、ポリマーを熱軟化させ、熔融混合するのに十分な温度で剪断応力にさらに供することが可能である。さらに、別の粉末添加剤、粒状添加剤および／または液体添加剤を混合プロセス中に組成物に添加してよい。こうした熔融混合された材料は、最終物品（すなわち、フィルム、シート、発泡体、異形材）を製造するために押出することが可能であるか、あるいはペレット、粉末またはフレーク、好ましくはペレットの形で回収することが可能である。押出物は、ストランド裁断機または水中ダイフュースカッターなどの従来のいかなる手段によってもペレットに変えてよい。

【0039】

熔融混合からの押出物は、空冷、ガス冷却、ベルト冷却、液浴に通すことによる液冷などの技術上知られているいかなる方法によっても冷却してよい。好ましくは、例えば、スエーデンのサンドビク・プロセス・システムズ（Sandvik Process Systems）製のステンレスチールベルトクーラーまたはスイスのビーバー（BBA AG）製のCompact Conti Cooler、あるいは好ましくはpHが1.0未満である水性液浴、あるいは25 French Degreeより高い水硬度の水性液浴、より好ましくは比重計で測定して1.05より大きい比重の水性液浴が用いられる。水性浴は、好ましくは、第一族金属イオン、好ましくは塩化ナトリウム（ $NaCl$ ）、硫酸ナトリウム（ Na_2SO_4 ）および炭酸水素ナトリウム（ $NaHCO_3$ ）などのナトリウムイオンを含む飽和塩溶液を含む。

【0040】

さらに、超吸収性化合物に及ぼす水の影響を最少にするために、23℃未満、好ましくは20℃未満に液浴の温度を維持すると、ブレンド組成物中の超吸収性ポリマーを著しく活性化せずにペレットを効果的に冷却することが発見された。

【0041】

水中ベレタイザーを用いる時、水中ベレタイザーから分離ドライヤーまでの移送パイプの長さを最適化すると、ブレンド組成物中の超吸収性ポリマーの活性化を最小にすることがさらに見出された。

【0042】

ペレット上の残留水分を追いつくために、流動床クーラーの使用など、ペレット収集容器内で冷風を吹かすと、乾燥プロセスをさらに改善する。

【0043】

水中ダイフュースカッター、1.05より大きい比重および20℃未満の温度を有する飽

10

20

30

40

50

和 NaHCO_3 溶液を含むプロセスを用い、そしてペレット収集容器内で冷風を吹かすと、超吸収性ポリマー、ブレンド組成物中の超吸収性ポリマーの濃度および母材熱可塑性ポリマーに応じて、ブレンド組成物の重量を基準にして 0.2～4 重量% の範囲の含水率を有する易流動性プラスチックペレット状の押出性熱可塑性超吸収性ポリマーブレンド組成物を生じさせることがさらに見出された。

【0044】

熔融混合された材料（粉末、フレークまたはペレット）は、最終物品を製造するために再押出しまたは成形することができる。ブレンド組成物のドライブレンドは直接射出成形することも可能であり、または前もって熔融混合せずに別の熔融物加工プロセスに計量供給することも可能である。

【0045】

本発明の押出性熱可塑性超吸収性ポリマーブレンド組成物は、キャットリッター、凝固ガス/流体、ゼリー状米、土壌改良剤、霜調整剤、農業デリバリー系、ゲル化バイオハザード、スピル制御剤中で用いるためにペレット状、フレーク状または粉末状で有用であり、あるいは独立気泡、半多孔質気泡、微小気泡または連続気泡などの発泡体、複合繊維および防水塗料系または遮水塗料系、衛生用ナプキン、使い捨ておむつ、病院着およびベッドパッドなどの使い捨て吸収品のような用途向けの薄いフィルムまたはシート、例えば、包装用途、輸送用途および建築用途における水分感受性、水などの水分の吸収構造体のような用途向けのフィルム、おむつ裏地、肉トレー、カーペット裏地、または電力ケーブル水遮断テープおよび通信ケーブル水遮断テープ、貼合せ発泡構造体、貼合せ不織構造体などの貼合せ構造体向けのフィルム、光ファイバケーブル、銅対ケーブルおよび同軸ケーブルなどの電力ケーブルまたは通信ケーブル用のケーブル遮蔽テープのような用途向けの貼合せ体向けのフィルムなどの物品の加工のためにペレット状、フレーク状または粉末状で有用であり、かかる用途は米国特許 3,795,540 号、4,449,014 号、4,731,504 号および 4,322,574 号で開示された通りである。

【0046】

例えば、光ファイバケーブル、銅対ケーブル、同軸ケーブルなどの電力ケーブルおよび通信ケーブルの組立に際して本発明を用いる時、ケーブルが特定の水浸透要件を満たすことがさらに望ましい。最も好ましくは、押出性熱可塑性超吸収性ポリマーブレンド組成物を含むケーブル構造体は、時には水遮断性とも呼ばれて、長手方向のケーブルを通した水の浸透を阻止する。

【0047】

本発明の実施技術を例示するために、実施例を以下に記載する。

【0048】

実施例

熱可塑性超吸収性ポリマーブレンド組成物

比較例 A～Z および実施例 1～13 において、Brabender Plasticorder 内で、ストックハウゼン (Stockhausen) から粉末として入手でき、スチュアート・スーパーアブソorbent (Stewart Superabsorbents LLC) から供給される 1～300 マイクロメートルの粒子サイズ分布を有する表面架橋されている CABLOC (登録商標) 850-13 ポリアクリル酸ナトリウム超吸収性ポリマーと、各種熱可塑性樹脂とを熔融ブレンドする。特に注記がない限り、超吸収性ポリマー対熱可塑性樹脂の比は 40:60 である。Brabender Plasticorder の条件は、用いられる熱可塑性樹脂に応じて 275～420°F (135～216°C) の範囲のパレル温度、80 の混合回転数/分 (RPM) および 1.5～2 分の範囲の混合時間である。ポリマーブレンドのメルトフローレート、溶融張力および溶融引落速度を決定するためにメルトインデックス測定装置を用いる。

【0049】

表 1 は、比較例 A～Z および実施例 1～13 に関する組成物および組成物の特性を記載している。表 1 において、何らかの方式で熔融ブレンドし、ある形状にプレスできるか、

あるいはシートまたは物品に成形できるが、押出性として本明細書に示した基準を満たさないブレンド組成物を押出性でないと明示している。

【 0 0 5 0 】

比較例 A B ～ A N および実施例 1 4 ～ 1 7 を W P Z K 3 0 二軸スクリー押出機で配合する。S A P およびポリマーを押出機の供給部に別々にフィードし、押出機のベントロを大気に開放し、押出物を空冷する。

【 0 0 5 1 】

比較例 A B ～ A N および実施例 1 4 ～ 1 7 の組成物ならびに押出機温度を表 2 に示し、超吸収性ポリマーは、熱可塑性超吸収性ポリマーブレンド組成物の重量を基準にして部で示している。表 2 において、ダイ面堆積および／または目詰まりを示す組成物を「押出性で 10
ない」と明示している。

【 0 0 5 2 】

【 表 1 】

表1

実施例	比較例	樹脂組成物 グレード	供給業者	種類	MFR 条件	MFR g/10分	熱可塑性溶剤 抽出率	引張強度 MPa	伸び %
A		ALATHON(登録商標)W6050	Equistar	HDPE	E	5.20	なし	なし	なし
B		LDPE4005	Dow Chemical Co.	LDPE	E	1.98	なし	なし	なし
C		LDPE4012	Dow Chemical Co.	LDPE	E	4.5	0.8	<5	なし
D		LDPE681	Dow Chemical Co.	LDPE	E	0.72	なし	なし	なし
E		DOWEX(登録商標)2241A	Dow Chemical Co.	LDPE	E	1.33	なし	なし	なし
F		ASPRIN(登録商標)1821	Dow Chemical Co.	LDPE	B	11.2	なし	なし	なし
G		ATTANE(登録商標)4201	Dow Chemical Co.	LDPE	E	0.417	なし	なし	なし
H		ATTANE(登録商標)4402	Dow Chemical Co.	LDPE	E	1.18	なし	なし	なし
I		AFINITY(登録商標)1880	Dow Chemical Co.	LDPE	E	0.594	なし	なし	なし
J		ENGAGE(登録商標)8200	DuPont Dow	LDPE	E	3.28	なし	なし	なし
K		PP681	Hercell	PP	L	7.6	なし	なし	なし
L		PS680	Dow Chemical Co.	PS	G	5.8	なし	なし	なし
M		Chevron2252-T	Chevron	EMA	E	0.42	なし	なし	なし
N		Chevron2255	Chevron	EMA	E	1.30	なし	なし	なし
O		Chevron1802	Chevron	EMA	E	0.44	なし	なし	なし
P		ENGAGE S8400	Dow Chemical Co.	PE-g-AAH/高MAH	E	0.28	なし	なし	なし
Q		FUSABOND(登録商標)1800	DuPont	PE-g-AAH/高MAH	E	0.3	なし	なし	なし
R		FUSABOND1970	DuPont	EVAg-AAH/高MAH	E	0.1	なし	なし	なし
S		FUSABOND(登録商標)2260	DuPont	LDPE-g-AAH/高MAH	E	0.1	なし	なし	なし
T		FUSABOND740	DuPont	EPDM-g-AAH/高MAH	E	0.1	なし	なし	なし
U		FUSABOND1130	DuPont	PE-g-AAH	E	1.43	なし	なし	なし
V		FUSABOND4236	DuPont	EAターポリマー-g-AAH/高MAH	E	2.42	なし	なし	なし
W		FUSABOND3530	DuPont	PP-g-AAH/高MAH	E	2.42	なし	なし	なし
X		BYNEL(登録商標)E418	DuPont	熱可塑性EVA	E	2.41	なし	なし	なし

表 1 続き

実施例	比較例	熱可塑性樹脂 グレード	供給業者	種類	MFR 条件	MFR 10分 単位	熱可塑性低吸収性ポリマーブレンド組成物 引張強度 fpm	弾性率 fpm	抽出性
Y		QX43101	DuPont	線/アクリレート変性EVA	E	1.71			なし
Z		QX41105	DuPont	線/水物変性LOPE	E	0.84			なし
AA		BYMEL 50E561	DuPont	線/水物変性PP	E	0.90			なし
BB		BYMEL 2174	DuPont	線/水物変性EA	E	0.75			なし
CC		PLEXAR (登録商標) 13	Equistar	線/水物変性EVA	E	1.24			なし
DD		PLEXAR 208	Equistar	線/水物変性HOPE	E	2.77			なし
EE		STEREON (登録商標) 841A	Firestone	SBSブロックコポリマー	G	5.42			なし
FF		VECTOR (登録商標) 4211	Danco Polymers	SISブロックコポリマー	G	11.58			なし
GG		VECTOR4461	Danco Polymers	SISブロックコポリマー	G	9.72			なし
HH		WRATON (登録商標) 91857	Shell	SEBSブロックコポリマー	G	3.82			なし
II		WRATON F61901X	Shell	SEREBLOCKコポリマー	G	0.25			なし
JJ		VECTOR4411	Danco Polymers	SISブロックコポリマー	G	18.2			なし
KK		Phillips DK-11	Phillips	SBSブロックコポリマー	G	3.82			なし
LL		Phillips K-10	Phillips	SBSブロックコポリマー	G	4.6			なし
MM		VECTOR8508	Danco Polymers	SBSブロックコポリマー	G	3.1			なし
NN		ESI DE200	Dow Chemical Co.	エチレン-スチレンインターポリマー	G	4.75			なし
OO		ESI DS201	Dow Chemical Co.	エチレン-スチレンインターポリマー	G	5.6			なし
PP		ELVAX (登録商標) 3180	DuPont	EVA, 28VA	E	13.88			なし
QQ		ELVAX VOW	DuPont	EVA, 48VA	B	1.5			なし
RR		GRILTEX (登録商標) 9	ENS Am. Grilon, Inc.	コポリエスチルポットメルト結着剤	C	4.4			なし
SS		GRILTEX D1519ZF	ENS Am. Grilon, Inc.	コポリエスチルポットメルト結着剤	C	2.3			なし
TT		MACROMELT (登録商標) 8238	Henkel	ポリアミド樹脂	G	24.32			なし
UU		MACROMELT 8206	Henkel	ポリアミド樹脂	G	7.5			なし
VV		PHAE	Dow Chemical Co.	熱可塑性フェノキシ樹脂	E	0.33			なし
WW		LOPE437	Dow Chemical Co.	ECO, 1N20	E	0.33			なし
1		ELVALOY (登録商標) HP441	DuPont	En8400	E	3.1	1.5	5	あり
2		ELVALOY EP4824	DuPont	EW400	E	7.28	0.5	20	あり

表 2

実施例	比較例	熱可塑性樹脂	供給業者	種類	超吸収性ポリマー	ブレンド組成部	揮出量の温度	揮出性
AB		LDPE881	Dow Chemical Co.	LDPE	SAP-1	樹脂	SAP	
AC		LDPE881	Dow Chemical Co.	LDPE	SAP-1	樹脂	20	310~330 なし
AD		LDPE881	Dow Chemical Co.	LDPE	SAP-1	樹脂	75	25 310~330 なし
AE		LDPE881	Dow Chemical Co.	LDPE	SAP-1	樹脂	65	35 310~330 なし
AF		ATTANE4201	Dow Chemical Co.	LDPE	SAP-1	樹脂	60	40 310~330 なし
AG		ATTANE4203	Dow Chemical Co.	LDPE	SAP-2	樹脂	80	20 335~370 なし
AH		ALATHION6300HPE	Equistar	LDPE	SAP-1	樹脂	73	27 321~350 なし
AI		DOMLEX2045	Dow Chemical Co.	LDPE	SAP-2	樹脂	80	20 335~370 なし
AJ		ELVAX3180	DuPont	EVA 28VA	SAP-1	樹脂	75	25 400~420 なし
AK		Aqua Calix (a)	Sanitono Seika Chemical Co., Ltd.	ポリエチレンオキシド (a)	SAP-1	樹脂	60	40 250~260 なし
AL		PRIMACOR330	Dow Chemical Co.	EAA, 0.5MAA	SAP-1	樹脂	60	40 250~260 なし
14		PRIMACOR3460	Dow Chemical Co.	EAA, 0.7MAA	SAP-1	樹脂	60	40 310~330 なし
AM		PRIMACOR6880	Dow Chemical Co.	EAA, 20.5MAA	SAP-1	樹脂	60	40 250~260 あり
15		PRIMACOR プレンド (b)	Dow Chemical Co.	EAA, 15MAA	SAP-1	樹脂	60	40 250~260 なし
AN		PRIMACOR プレンド (b)	Dow Chemical Co.	EAA, 15MAA	SAP-2	樹脂	60	40 250~260 あり
16		PRIMACOR3460	Dow Chemical Co.	EAA, 0.5MAA	SAP-2	樹脂	50	50 250~260 なし
17		ELVALOY EP4924	DuPont	EAA, 0.5MAA	SAP-3	樹脂	80	40 250~260 あり
		ELVALOY EP4924	DuPont	EAA, 0.5MAA	SAP-4	樹脂	60	40 250~260 あり

(a) Aqua Calix は、ポリエチレンオキシドを含有することにより製造された熱可塑性非イオン性超吸収性ポリマーである。
 (b) PRIMACOR3400 と PRIMACOR6880 の 50:50 プレンド。

SAP=超吸収性ポリマー

SAP-1 は、Stockhausen から CABL0C181 として入手できる粒子サイズ分布が約 1~約 500 マイクロメートルのポリアクリレート系超吸収性ポリマーである。
 SAP-2 は、Stockhausen から CABL0G80NS として入手できる粒子サイズ分布が約 1~約 100 マイクロメートルのポリアクリレート系超吸収性ポリマーである。
 SAP-3 は、Dow Chemical Co. から DRYTECH02035 として入手できる粒子サイズ分布が約 1~約 500 マイクロメートルのポリアクリレート系超吸収性ポリマーである。

SAP-4 は、Stockhausen から CABL0G80NS として入手できる粒子サイズ分布が約 1~約 150 マイクロメートルのポリアクリレート系超吸収性ポリマーである。

【0054】

比較例 AO~AW は、異なる純熱可塑性樹脂であり、比較例 AU は純超吸収性ポリマー CABLOC850-13 であり、AV は純超吸収性ポリマー CABLOC80HS であり、AW は純超吸収性ポリマー 88HS であり、実施例 18~30 は超吸収性ポリマーが配合された異なる熱可塑性樹脂化合物である。低剪断混合スクリュエーおよび 10 温度ゾーンを有する ZSK58 ミリメートル (mm) 同時回転二葉二軸スクリュエー押出機を用いる。サイドポート粉末スクリュエーフィーダーを用いて超吸収性ポリマーをゾーン 4 と 5 との間

でフィードする。混合はゾーン6で起きる。ゾーン8と9との間の転移点はベントロである。ベントロの前に混練混合部が存在する。最初の三ゾーンに関する温度範囲は $65 \sim 120^{\circ}\text{F}$ ($18 \sim 49^{\circ}\text{C}$)であり、ゾーン4および5に関する温度範囲は $240 \sim 255^{\circ}\text{F}$ ($116 \sim 124^{\circ}\text{C}$)であり、ゾーン6～8に関する温度範囲は $320 \sim 335^{\circ}\text{F}$ ($160 \sim 168^{\circ}\text{C}$)であり、ゾーン9および10に関する温度範囲は $270 \sim 330^{\circ}\text{F}$ ($132 \sim 166^{\circ}\text{C}$)である。溶融温度を 310°F (154°C)に維持する。

【0055】

孔径0.110インチ(2.8mm)の24孔水中ダイを通して、比重計で測定して1.05より大きい比重を有する NaHCO_3 溶液を含む液浴であって温度を 20°C 未満に維持された液浴にブレンド組成物を押出した。押出物をペレットにするために、3個の刃を有するGall水中ベレタイザを用いる。水の吸収を最小にするために、水中ベレタイザから分離ドライヤーまでの距離を最適化する。さらに、ペレット収集容器内のペレット上に冷風を吹き付け、ペレット上の一切の残留水分を追い出す。

10

【0056】

純熱可塑性樹脂比較例AO～AT、純超吸収性ポリマー比較例AU～AWおよび熱可塑性超吸収性ポリマーブレンド組成物実施例18～30の純水吸収容量(WAC)を以下の手順に従って測定する。熱可塑性超吸収性ポリマーブレンド組成物では、(ブレンド組成物中の%超吸収性ポリマーを基準にして)1gの超吸収性ポリマーを含有することが決定された重さ W_1 のサンプルを1.5リットルの蒸留水に入れ、シェーカーで2時間にわたリ振とうする。75マイクロメートルの篩を通して水を膨潤した粒子から濾過する。その後、膨潤した粒子の重量(W_2)を測定する。吸収された水の量 W_A は $W_2 - W_1$ である。純樹脂および純超吸収性ポリマーでは、重さ1gのサンプルを本明細書で上述したのと同じ手順に供する。

20

【0057】

比較例AO～AWおよび実施例18～30に関する組成および吸収された水を表3に示し、超吸収性ポリマーは、熱可塑性超吸収性ポリマーブレンド組成物の重量を基準にして重量部で示し、吸収された蒸留水g/超吸収性ポリマーgとして水吸収を報告している。

【0058】

【表5】

表 3

実施例	比較例	熱可塑性樹脂	CABLOC850-13 部	CABLOC80HS 部	CABLOC88HS 部	水吸収 g
	AO	SURLYN1702				0
18		SURLYN1702	35			3
19		SURLYN1702	45			212
20		PRIMACORブレンド(a)	40			214
21		ELVALOY EP4924	40			231
22		PRIMACOR3460	40			239
23		SURLYN1702		20		2
24		PRIMACORブレンド(a)		20		1
25		PRIMACORブレンド(a)		30		2
	AP	PRIMACORブレンド(a)				0
26		PRIMACORブレンド(b)		40		126
	AQ	ELVALOY EP4924				0
27		ELVALOY EP4924		20		2
28		PRIMACOR3460		40		118
	AR	XUS60751.17				0
29		SURLYN1702			35	1
	AS	PRIMACOR1430				0
30		SURLYN1702			45	96
	AT	PRIMACOR5980				0
	AU		100			172
	AV			100		198
	AW				100	153

(a) PRIMACOR3460/PRIMACOR5980の50:50ブレンド。

(b) PRIMACOR1430とXUS60751.17(PAA20.5%のEAA)の50:50ブレンド。

【0059】

ポリエチレンとブレンドされた熱可塑性超吸収性ポリマー

実施例31～38において、Brabender Plasticoder内で熱可塑性超吸収性ポリマーを70:30のLLDPE:LDPEポリマーブレンドと熔融ブレンドする。熱可塑性超吸収性ポリマーは、Stockhausenから粉末として入手でき、Stewart Superabsorbent LLCによって供給される約1～約60マイクロメートルの粒子サイズ分布を有する表面架橋されているポリアクリル酸ナトリウム超吸収性ポリマーであるCABLOC T5066-F、40重量%および50:50のPRIMACOR5980:PRIMACOR3460ポリマーブレンド60重量%を含む。Brabender Plasticoderの条件は、275°F(135℃)に設定されたパレル温度、80の混合RPMおよび1.5～2分の範囲の混合時間である。ポリマーブレンドのメルトフローレート、熔融張力および引落速度を決定するためにメルトインデックス測定装置を用いる。ブレンド組成物は押出性であると考えられる。実施例31～38の組成物および組成物のMFR、熔融張力および引落速度を表4に示している。

【0060】

【表 6】

表 4

実施例	熱可塑性樹脂：超吸水性ポリマー [A]	LLDPE:LDPEポリマーブレンド [B]	ブレンド比、A:B	MFR 条件	MFR g/10分	溶融強力 単位	引張強度 fpm	弾出力
31	80:40PRI/MACORブレンド:CABL00 T5066F	70:30LLDPE:LDPE	80:20	C	3.51	0.7	50	あり
32	80:40PRI/MACORブレンド:CABL00 T5066F	70:30LLDPE:LDPE	80:20	C	4.43	0.8	48	あり
33	80:40PRI/MACORブレンド:CABL00 T5066F	70:30LLDPE:LDPE	80:40	C	6.01	0.9	48	あり
34	80:40PRI/MACORブレンド:CABL00 T5066F	70:30LLDPE:LDPE	20:80	C	8.17	1.0	34	あり
35	80:40PRI/MACORブレンド:CABL00 T5066F	70:30LLDPE:LDPE	80:10	E	24.7	0.5	100	あり
36	80:40PRI/MACORブレンド:CABL00 T5066F	70:30LLDPE:LDPE	80:20	E	25.7	0.6	100	あり
37	80:40PRI/MACORブレンド:CABL00 T5066F	70:30LLDPE:LDPE	60:40	E	28.1	0.7	100	あり
38	80:40PRI/MACORブレンド:CABL00 T5066F	70:30LLDPE:LDPE	20:80	E	21.9	0.8	100	あり

PRI/MACORブレンド:PRI/MACOR3460/PRI/MACOR5980の50:50ブレンド。

LLDPE=線状低密度ポリエチレン

LDPE=低密度ポリエチレン

条件C=150°C/2.16kg

条件E=190°C/2.16kg

10

20

30

40

【0061】

単一層フィルム

実施例39～42は、キャストラインプロセスを用いて製造された熱可塑性超吸水性ポリマーブレンド組成物の単一層フィルムである。熱可塑性超吸水性ポリマーブレンド組成物は、熱可塑性樹脂とCABL00C850-13とを含む。キャストフィルムプロセスに関する温度ゾーンは250°F～320°F(121～160°C)の範囲である。フィード

50

ブロックおよびダイの温度は270°F〜320°F(132〜160℃)の範囲である。厚さが6.0ミル(0.15mm)より厚い平滑フィルムから表面模様付き均一化フィルム、または厚さ0.6ミル(0.015mm)未満のウェブフィルムを巻取速度に応じて製造することが可能である。

【0062】

単一層フィルム実施例39〜42の組成および特性を表5に示しており、超吸収性ポリマーは、熱可塑性超吸収性ポリマーブレンド組成物の重量を基準にして重量部で示している。純水吸収容量を本明細書で上述したように決定した。

【0063】

【表7】

表5

実施例	熱可塑性樹脂	CABLOC850-13、部	水吸収 g
39	SURLYN1702	35	25
40	SURLYN1702	45	226
41	PRIMACORブレンド(a)	40	219
42	ELVALOY EP4924	40	238

(a) PRIMACOR3460/PRIMACOR5980の50:50ブレンド。

【0064】

界面活性剤を含有する単一層フィルム

実施例43〜46は界面活性剤を含有する単一層フィルムである。Brabender Plasticoder内で熱可塑性超吸収性ポリマーと界面活性剤を含有する市販ポリエチレンとを熔融ブレンドする。界面活性剤を含有するポリエチレンは、アンバセット(AMPACET)からANTIFOGPEMBとして入手でき、LLDPE/LDPE母材ポリマー中に10重量%の活性界面活性剤、モノグリセリドおよびジグリセリドを含有する。熱可塑性超吸収性ポリマーは、Stockhausenから粉末として入手でき、Stewart Superabsorbent LLCによって供給される約1〜約60マイクロメートルの粒子サイズ分布を有する表面架橋されているポリアクリル酸ナトリウム超吸収性ポリマーであるCABLOC T5066-F、40重量%および50:50のPRIMACOR5980:PRIMACOR3460ポリマーブレンド60重量%を含む。Brabender Plasticoderの条件は、275°F(135℃)に設定されたバレル温度、80の混合RPMおよび1.5〜2分の範囲の混合時間である。5〜7ミル(0.13〜0.18mm)の圧縮成形フィルムの2インチ(51mm)円板サンプルを直径2インチ(51mm)の筒体に入れることにより、水吸収および吸収速度を測定する。筒体の底は、75マイクロメートル以下である微細メッシュスクリーンである。テフロン円板をフィルムサンプルの上に置いて、試験中にフィルムサンプルを所定の場所に固定する。サンプルを含む筒体を4インチ(102mm)のガラスフレットの上に置き、フィルムサンプルとスクリーンがガラスフレットと向き合うようにした。濾紙を筒体とガラスフレットとの間に置く。水を含む容器内にガラスフレット、フィルタおよび筒体を入れ、水の高さがガラスフレットの高さに達するようにする。水を連続的に除去し、補給する。構成全体はMettler PG3001-S天秤上に乗る。サンプルを含む筒体を一旦天秤上に置くと、Mettler Balance Linkデータ取得ソフトウェアパッケージを用いて、天秤は風袋を差し引き、水吸収および水吸収速度の

データが生じる。表 6 は、実施例 43～46 の組成物および組成物の水吸収量および水吸収速度を記載している。

【 0 0 6 5 】

【 表 8 】

表 6

実施例	熱可塑性超吸収性ポリマー	AMPACETポリマー部	水吸収 g	水吸収値の50%に達する時間 秒	最高吸収値に達する時間 秒
43	100	0	1	55	255
44	90	10	2.2	40	80
45	80	20	2.6	60	120
46	20	80	1.4	45	80

熱可塑性超吸収性ポリマー＝PRIMACOR5980：PRIMACOR3460の50：50ポリマーブレンド60重量%+CABLOC T5066-F、40重量%

10

20

【 0 0 6 6 】

多層フィルム

比較例 A X-A Z および実施例 47～49 は、ブローフィルムプロセスを用いて製造された熱可塑性超吸収性ポリマーブレンド組成物の多層フィルムである。熱可塑性超吸収性ポリマーブレンド組成物（層 1）に関する押出機温度ゾーンは 250 ° F ～ 300 ° F（121～149 ° C）の範囲である。用いられるポリマーに応じて、層 2 および 3 に関する押出機温度ゾーンは 250 ° F ～ 400 ° F（121～204 ° C）の範囲であり、ダイ温度は 250 ° F ～ 400 ° F（121～204 ° C）の範囲である。多層ブローフィルム比較例 A X-A Z および実施例 47～49 の組成および説明を表 7 に示している。

【 0 0 6 7 】

実施例 50～53 は、本明細書で上述したように調製された多層ブローフィルムであって、CABLOC 850-13 のレベルを PRIMACOR ブレンド樹脂中で変える一方で、層 2 および 3 の組成および比を一定にしてある多層ブローフィルムである。本明細書で上述したような吸収容量および純水中でゲル遮断する時間を決定する。ゲル遮断と呼ばれる超吸収性フィルムのために純水吸収容量で超吸収性ポリマーが水をゲル化する時間を以下の手順に従って測定する。25.6 g の蒸留水を含むバイアル内に 0.15 g の超吸収性ポリマーを含む熱可塑性超吸収性フィルム組成物のサンプル。混合物がゲル遮断されるまで手で混合物を振とうした。膨潤開始時間は、水が添加された時から超吸収性ポリマーの最初の認めうる膨潤までの時間である。

【 0 0 6 8 】

表 8 は、多層フィルム比較例 A A A および実施例 50～53 に関する組成およびフィルム厚さを記載している。表 9 は、多層フィルム比較例 A A A および実施例 50～53 ならびに純 CABLOC 850-13（比較例 A A B）に関する水吸収、膨潤開始時間およびゲル遮断する時間の特性を記載している。

【 0 0 6 9 】

【 表 9 】

30

40

表 7

実施例	比較例	層 1 の組成	層 2 の組成	層 3 の組成	層 比	厚 さ	製品説明
					1 2 3	ミル	
	AX	20部のCARLOC1181、80部のLDPE681	100%のATTANE4201	100%のPRIMACOR3330	20 60 20	4.0	フィルム中に互々ピンホール、ダイ面塗層
	AY	30部のCARLOC1181、70部のELVAL3180	20%のATTANE4201、80%のLDPE681	100%のPRIMACOR3330	20 60 20	2.0	フィルム中に互々ピンホール、ダイ面塗層
	AZ	30部のCARLOC80HS、70部のPRIMACOR3330	100%のATTANE4201	100%のPRIMACOR3330	20 60 20	4.5	フィルム中に互々のピンホール、ダイ面塗層
47		40部のCARLOC80HS、60部のPRIMACOR3460	30%のATTANE4201、70%のLDPE681	100%のPRIMACOR3330	30 50 20	1.0~2.3	うまく機能する、ピンホールなし、ダイ面塗層なし
48		40部のCARLOC80HS、60部のELVAL014924	50%のENGAGE8100、50%のLDPE681	100%のPRIMACOR3330	30 50 20	2.3	うまく機能する、ピンホールなし、ダイ面塗層なし
49		40部のCARLOC850-13、60部のPRIMACOR プレンド (a)	80%のATTANE4402、20%のLDPE681	100%のPRIMACOR3330	30 50 20	2.3	うまく機能する、ピンホールなし、ダイ面塗層なし

(a) PRIMACOR3460:PRIMACOR980の90:50ブレンド

10

20

30

40

【 0 0 7 0 】

【 表 1 0 】

表 8

実施例	比較例	層 1 の組成	層 2 の組成	層 3 の組成	層 比			厚 さ		
					1	2	3	ミル		
	AAA	100%のPRIMACORブレンド(a)	80%のATTANE4201、20%のLDPE681	100%のPRIMACOR3330	30	50	20	4.0		
50		10部のCABLOOC850-13、90部のPRIMACORブレンド(a)	80%のATTANE4201、20%のLDPE681	100%のPRIMACOR3330	30	50	20	2.0		
51		20部のCABLOOC850-13、80部のPRIMACORブレンド(a)	80%のATTANE4201、20%のLDPE681	100%のPRIMACOR3330	30	50	20	4.5		
52		30部のCABLOOC850-13、70部のPRIMACORブレンド(a)	80%のATTANE4201、20%のLDPE681	100%のPRIMACOR3330	30	50	20	1.0~2.3		
53		40部のCABLOOC850-13、60部のPRIMACORブレンド(a)	80%のATTANE4201、20%のLDPE681	100%のPRIMACOR3330	30	50	20	2.3		

(a) PRIMACOR3460/PRIMACOR5980の50:50ブレンド

10

20

30

40

【 0 0 7 1 】

【 表 1 1 】

表 9

実施例	比較例	水吸収 g	露潤開始時間 秒	ゲル逆断する時間 秒
	AAA	0		
50		127.25	<15	ゲル逆断しなかった。
51		203.3	<15	840~900
52		225.9	<10	360~420
53		257.65	<5	90~200
	AAB	180.0	<5	60~90

10

20

30

【0072】

界面活性剤溶液が被覆された多層フィルム

実施例 54~57 は 2.0 ミルの多層ブローフィルムを用いている。多層フィルムは、PRIMACOR 3460/PRIMACOR 5980 の 50:50 ブレンド 60 重量% および CABLOC T 5066F、40 重量% を含む熱可塑性超吸収性ポリマーブレンド組成物を層 1 として、LDPE 4005 を層 2 として、および Equistar 製の EVA-g-MAH である PLEXAR 107 を層 3 として含む。熱可塑性超吸収性ポリマーブレンド組成物 (層 1) に関する押出機温度ゾーンは 250 °F ~ 300 °F (121 ~ 149 °C) の範囲であり、層 2 に関するゾーン温度は 305 °F ~ 310 °F (152 ~ 154 °C) の範囲であり、層 3 に関するゾーン温度は 350 °F ~ 370 °F (177 ~ 188 °C) の範囲である。層 1:2:3 に関する厚さ比は 30:50:20 である。多層フィルムの熱可塑性超吸収性層である層 1 に 0~8 % の範囲の界面活性剤を含む界面活性剤溶液を噴霧する。この試験のために用いた界面活性剤はアルコールエーテルスルフェートである。フィルムに噴霧した後、フィルムを空気循環炉内に入れて、50 °C の温度で 1~2 分にわたり乾燥させる。水吸収および吸収速度を前の節の手順に従って測定する。実施例 54~57 に関する水吸収量および水吸収速度を表 10 にまとめている。

40

50

【 0 0 7 3 】

【 表 1 2 】

表10

実施例	界面活性剤溶液 %	水吸収 μ	初期吸収までの時間 秒	吸収値の50%に達する時間 秒	最高吸収値に達する時間 秒
54	0	1.7	15	60	170
55	2	2.0	0	31	112
56	5	1.9	0	29	160
57	8	1.8	0	27	135

10

【 0 0 7 4 】

超吸収性フィルムと金属の貼合せ体

実施例 58 は、熱ラミネーションプロセスを介して 6.0 ミル (0.15 mm) の電気クロム被覆鋼 (ECCS) に貼合された実施例 53 に記載された多層フィルムである。鋼表面にフィルムを接着させるために、フィルムの接着剤層 (層 3) を用いる。超吸収性フィルム/金属貼合せ体は、電力ケーブルおよび通信ケーブルの組立において有用であることが分かる。金属基材は遮蔽を与えることができ、熱可塑性超吸収性ポリマー層は、それ自体に接着させ又は別の基材に接着させるために使用することができ、ケーブル中で水を止め、遮断し、吸収するために機能することができる。表 11 は例 57 の超吸収性フィルムと金属との貼合せ体の接着特性を示す。

20

【 0 0 7 5 】

【 表 1 3 】

表11

実施例	フィルム	金属の種類	剥離強度 (a) (lb/in)	ヒートシール (a) 強度 (lb/in)	外被 (b) 密着強度 (lb/in)
58	実施例 53	ECCS	5.0	13.1	31.8

30

(a) 剥離強度およびヒートシール強度は ASTM B736 に準拠して測定され、ヒートシール強度は熱可塑性超吸収性ポリマーの自体への密着強度である。

40

(b) 外被材料は、ユニオンカーバイド (Union Carbide) によって製造される標準ワイヤ・ケーブル外被樹脂である変性 LLDPE、DFDD6069BK9865 である。外被 (段プレス内で加工された外被材料と貼合せ体の複合材) 密着強度は貼合せ体から外被を分離する力を測定し、値は、180°C でサンプルを保持するために修正された ASTM D4365-86 に準拠して測定される。

ECCS=電気クロム被覆鋼

50

【0076】

外装ケーブル

超吸収性フィルムをECCSに貼合せ、幅2.25インチ(57mm)の鋼テープに細長く裁断した。外装ケーブル実施例59～62を製造するために、このテープを用いる。鋼テープを32波/インチに波形をつける(油を用いて、または油を用いずに波を達成することが可能である)。波形テープは一連のフォーミングダイを通して成形された縦材である。外径0.60インチ(15.2mm)のPVC外被絶縁銅対ケーブル心線を成形外装テープ内部に入れる。その後、外被樹脂を成形外装テープ上に押出して、最終外径0.742インチ(18.8mm)の最終ケーブルを製造する。内部外被と外装テープとの間の最終空隙は、約0.015インチ(0.381mm)であると計算される。

10

【0077】

ダウケミカル(Dow Chemical Company)から入手できるZETABON CJB S262外装テープを含むケーブル(比較例AAC)およびランター(Lantor Inc.)製の不織超吸収性テープ3E252をさらに含むケーブル(比較例AD)と、熱可塑性超吸収性ポリマー貼合せ体を含むケーブル(表12の実施例59～62)の性能を比較する。不織超吸収性テープは、ドライケーブル設計で用いるためのワイヤ・ケーブル工業標準である。不織超吸収性テープは、二種の不織材料間に挟まれた超吸収性粒子を含む。この評価において、ケーブル心線を成形外装テープ内部に入れる前に、不織超吸収性テープを銅対ケーブル心線まわりに螺旋状に巻き付ける。ワイヤ・ケーブル産業において、不織超吸収性テープは、典型的には、ケーブル心線まわりに成形された縦材である。

20

【0078】

ケーブルの水遮断性能は、EIA/TIA-455-82A(「L-試験」)によって決定される。水がケーブル心線のワイヤを通して移動できないように、ケーブル心線の端にテープを被せるか、または密封する。ケーブルの長さは1メートルであり、試験継続時間は24時間であり、水柱は1メートルであり、浸透時間を測定する。

【0079】

【表14】

表12

実施例	比較例	貼合せ体の組成			不織テープ	浸透時間
		フィルム層1	金属心線	フィルム層2		
	AAC	EAAフィルム	6ミルECCS	EAAフィルム	なし	1分以内
	AAD	EAAフィルム	6ミルECCS	EAAフィルム	あり	(a)
59		EAAフィルム	6ミルECCS	フィルム1	なし	浸透なし
60		EAAフィルム	6ミルECCS	フィルム2	なし	浸透なし
61		EAAフィルム	6ミルECCS	フィルム3	なし	浸透なし
62		EAAフィルム	6ミルECCS	フィルム4	なし	浸透なし

(a) 試験結果は、15～24時間の間に浸透なしから浸透発生まで変動する。

EAAフィルム＝90%PRIMACOR3330/10%PE

フィルム1の組成：層1：30%-40部CABLOC850-13/60部(50/50PRIMACOR3460/PRIMACOR5980)

層2：50%-80%ATTANE4201/20%LDPE681

層3：20%-PRIMACOR3330

フィルム2の組成：層1：30%-40部CABLOC80HS/60部(50/50PRIMACOR3460/PRIMACOR5980)

層2：50%-80%ATTANE4201/20%LDPE681

層3：20%-PRIMACOR3330

フィルム3の組成：層1：30%-40部CABLOC1181/60部(50/50PRIMACOR3460/PRIMACOR5980)

層2：50%-80%ATTANE4201/20%LDPE681

層3：20%-PRIMACOR3330

フィルム4の組成：層1：30%-40部CABLOC80HSB/60部(50/50PRIMACOR3460/PRIMACOR5980)

層2：50%-80%ATTANE4201/20%LDPE681

層3：20%-PRIMACOR3330

CABLOC80HSBは、約1～約20マイクロメートルの粒子サイズ分布を有する。

フィルム層1は、外被樹脂に接着させるために用いられる貼合せ体の面である。

フィルム層2は、心線と向き合っていた貼合せ体の面である。

【0080】

界面活性剤が被覆された熱可塑性超吸収性ポリマー入り外装ケーブル

超吸収性フィルムをECCSに貼合せた。フィルムの超吸収性層にアルコールエーテルスルフェート界面活性剤溶液を前もって被覆するか、後被覆する。界面活性剤溶液の濃度は2重量%～8重量%の範囲である。消泡剤であるDOW Corning Anti Foam 1520-USも用いる。用いられる消泡剤の量は2500ppmである。被覆された貼合せ体を幅1.375インチ(34.9mm)の鋼テープに細長く裁断する。外装ケーブル実施例63～68(表13)を製造するために、このテープを用いる。鋼テープを32波/インチに波形をつける(油を用いて、または油を用いずに波を達成することが可能である)。波形テープは、一連のフォーミングダイを通して成形された縦材である。外径0.375インチ(9.4mm)のユニテッドステーツ・プラスチック・コーポレーション(United States Plastic Corporation)製のHDPE巻心を成形外装テープ内部に入れる。その後、外被樹脂を成形外装テープ上に押出して、最終ケーブルを製造する。内部外被と外装テープとの間の最終空隙は、約0.

10

20

30

40

50

0.20インチ(0.508mm)であると計算される。

【0081】

ダウケミカル(Dow Chemical Company)から入手できるZETABON CJB S262外装テープを含むケーブル(比較例AAC)と、熱可塑性超吸収性ポリマー貼合せ体を含むケーブル(実施例63~68)の性能を比較する。

【0082】

ケーブルの水遮断性能は、EIA/TIA-455-82A(「L-試験」)によって決定される。水がケーブル心線のワイヤを通して移動できないように、ケーブル心線の端にテープを被せるか、または密封する。ケーブルの長さは1メートルであり、試験継続時間は24時間であり、水柱は1メートルであり、浸透時間を測定する。

【0083】

【表15】

表13

実施例	比較例	貼合せ体の組成			界面活性剤処理	浸透時間
		フィルム層1	金属心線	フィルム層2		
	AAC	EAAフィルム	6ミルECCS	EAAフィルム	前処理	1分以内
63		EAAフィルム	6ミルECCS	フィルム1	前処理	合格
64		EAAフィルム	6ミルECCS	フィルム2	後処理	合格
65		EAAフィルム	6ミルECCS	フィルム2	後処理	合格
66		EAAフィルム	6ミルECCS	フィルム2	後処理	合格
67		EAAフィルム	6ミルECCS	フィルム3	後処理	合格
68		EAAフィルム	6ミルECCS	フィルム3	後処理	合格

EAAフィルム=90%PRIMACOR3330/10%PE

フィルム1の組成: 層1: 30%-40部CABL0C850-13/60部(50/50PRIMACOR3460/PRIMA COR5980)

層2: 50%-LDPE4005

層3: 20%-PIEXAR107

フィルム2の組成: 層1: 30%-40部CABL0C T5066F/60部(50/50PRIMACOR3460/PRIM ACOR5980)

層2: 50%-LDPE4005

層3: 20%-PIEXAR107

フィルム3の組成: 層1: 30%-40部Norsocryl XFS/60部(50/50PRIMACOR3460/PRIM ACOR5980)

層2: 50%-LDPE4005

層3: 20%-PIEXAR107

Norsocrylは、エルファトケム(Elf Atochem ATO)によって供給されるアクリル酸とアクリル酸ナトリウムの架橋コポリマーである。

フィルム層1は、外被樹脂に接着させるために用いられる貼合せ体の面である。

フィルム層2は、心線と向き合っていた貼合せ体の面である。

【0084】

発泡体熱可塑性超吸収性ポリマー

実施例69~77は、熱可塑性超吸収性ポリマーブレンド組成物の押出発泡体である。約12部/100(pph)のHCFC142B物理発泡剤を用いる。押出機温度ゾーンは110℃~150℃の範囲であり、ダイ温度は85℃~90℃の範囲である。発泡体の組

10

20

30

40

50

成および説明を表14に示している。得られた発泡体は軟らかく柔軟で且つ脆くない。超吸収性粒子は、表皮上に且つ発泡体の気泡構造全体を通して均一に分配されている。

【0085】

【表16】

表14

実施例	熱可塑性超吸収性ポリマーの種類	発泡体の種類
69	1	半多孔質～独立気泡の発泡体
70	2	半多孔質～独立気泡の発泡体
71	3	半多孔質～独立気泡の発泡体
72	4	半多孔質～独立気泡の発泡体
73	5	半多孔質～独立気泡の発泡体
74	6	半多孔質～独立気泡の発泡体
75	7	半多孔質～独立気泡の発泡体
76	8	半多孔質～独立気泡の発泡体
77	9	半多孔質～独立気泡の発泡体

1：組成：10部CABLOC T5066F/60部(50/50PRIMACOR3460/PRIMACOR5980)

2：組成：20部CABLOC T5066F/60部(50/50PRIMACOR3460/PRIMACOR5980)

3：組成：30部CABLOC T5066F/60部(50/50PRIMACOR3460/PRIMACOR5980)

4：組成：30部CABLOC80HS/60部(50/50PRIMACOR3460/PRIMACOR5980)

5：組成：20部CABLOC HCF/60部(50/50PRIMACOR3460/PRIMACOR5980)

6：組成：20部Norsocryl XFS/60部(50/50PRIMACOR3460/PRIMACOR5980)

7：組成：20部Norsocryl S35/60部(50/50PRIMACOR3460/PRIMACOR5980)

8：組成：30部Norsocryl S35/60部(50/50PRIMACOR3460/PRIMACOR5980)

9：組成：35部Norsocryl S35/60部(50/50PRIMACOR3460/PRIMACOR5980)

Norsocrylは、エルファトケム(Elf Atochem ATO)によって供給されるアクリル酸とアクリル酸ナトリウムの架橋コポリマーである。

Norsocryl XSFの粒子サイズ分布は、1～67マイクロメートルの範囲である。

Norsocryl S25の粒子サイズ分布は、1～225マイクロメートルの範囲である。

【0086】

前述した押出発泡プロセスによって押出した熱可塑性超吸収性発泡体実施例78～80(表15)の純水吸収容量(WAC)を表16に示している。WACは、以下の手順に従って測定する。発泡体を0.125インチX0.625インチX0.125～0.25インチ(3.2mmX15.9mmX3.2～6.4mm)に切断し、(発泡体組成物中の%超吸収性ポリマーを基準にして)0.1gの超吸収性ポリマーを含有することが決定された重さW₁の切断発泡体サンプルを0.150リットルの蒸留水に入れ、シェーカーで2時間にわたり振とうする。75マイクロメートルの篩を通して水を発泡体から濾過する。その後、膨潤した発泡体の重量(W₂)を測定する。吸収された水の量(W_a)は式W_a=(W₂-W₁)*10によって計算される。

【0087】

【表17】

10

20

30

40

50

表15

実施例	熱可塑性超吸収性ポリマーの種類	発泡体	水吸収 g
78	2	あり	87
79	3	あり	67
80	3	あり	43

2 : 組成 : 20部CABLOC T5066F/60部 (50/50PRIMACOR3460/PRIMACOR5980)

3 : 組成 : 30部CABLOC T5066F/60部 (50/50PRIMACOR3460/PRIMACOR5980)

9 : 組成 : 35部Norsocryl S35/60部 (50/50PRIMACOR3460/PRIMACOR5980)

10

【0088】

これらのデータから、一種以上の超吸収性ポリマーと前記超吸収性ポリマーと相互作用する官能基を含む一種以上の熱可塑性樹脂とを含む本発明の押出性熱可塑性超吸収性ポリマーブレンドが超吸収性ポリマーの保持、加工性、成形性および吸収特性の最良バランスをもたらすと結論付けることが可能である。

20

【0089】

改善された熱可塑性超吸収性ポリマーブレンド組成物および特に、単一層フィルム、多層フィルム、不織ウェブ、シート、発泡体、異形材、多層貼合せ体、繊維、チューブ、ロッドおよびパイプを調製する方法を本発明が提供することが分かった。本発明により得られる部品または構造体が前述した押出性熱可塑性超吸収性ポリマーブレンド組成物の使用によって驚くほど改善され、押出品、成形品または別の様式で加工された物品が前記押出品または成形品から組み立てられる吸収品の製造を容易にし、性能を改善し、コストを低減することが分かる。

30

【国際公開パンフレット】

(12) INTERNATIONAL APPLICATION PUBLISHED UNDER THE PATENT COOPERATION TREATY (PCT)

(14) World Intellectual Property Organization
International Bureau(43) International Publication Date
31 January 2002 (31.01.2002)

PCT

(18) International Publication Number
WO 02/07791 A2

- (51) International Patent Classification¹ A61F 85/00 (81) Designated States (indicating where the applicant desires that the invention be protected): AE, AF, AG, AL, AM, AN, AR, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CL, CN, CO, CR, CZ, DE, DK, DM, DO, EC, EE, ES, FI, GB, GR, HU, IL, IN, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LU, LV, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MU, MV, MW, MY, MZ, NA, NZ, NL, NO, NU, NZ, PE, PG, PH, PK, PL, PT, RU, RW, SD, SE, SG, SI, SK, SL, ST, TH, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, ZA, ZW.
- (54) Designated States (indicating where the applicant desires that the invention be protected): AE, AF, AG, AL, AM, AN, AR, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CL, CN, CO, CR, CZ, DE, DK, DM, DO, EC, EE, ES, FI, GB, GR, HU, IL, IN, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LU, LV, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MU, MV, MW, MY, MZ, NA, NZ, NL, NO, NU, NZ, PE, PG, PH, PK, PL, PT, RU, RW, SD, SE, SG, SI, SK, SL, ST, TH, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, ZA, ZW.
- (52) International Application Number: PCT/US99/21869
- (53) International Filing Date: 11 July 2001 (11.07.2001)
- (54) Filing Language: English
- (55) Publication Language: English
- (56) Priority Data: 09/226,595 24 July 2000 (24.07.2000) US
- (71) Applicant: THE DOW CHEMICAL COMPANY
(DOW), 2030 Dow Center, Midland, TX 79706 (US)
- (72) Inventor: CHELSEA, Felix; 2841 North Tule Lake Drive, Midland, TX 79706 (US)
- (73) Agent: CHERITY, M. Robert; The Dow Chemical Company, Intellectual Property, P.O. Box 1502, Midland, TX 79701-1507 (US)

Published:
without international search report and to be republished
upon receipt of that report

For more detailed rules and abbreviations, refer to the "Guidelines for the Preparation of the PCT Application" published by the International Bureau of the PCT.



WO 02/07791 A2

(54) Title: THERMOPLASTIC SUPERABSORBENT POLYMER-BLENDED COMPOSITIONS AND THEIR PREPARATION

(57) Abstract: An absorbable thermoplastic superabsorbent polymer blend composition is disclosed. The blend compositions are especially well suited for preparation of extended or aseptically sealed in vivo absorbable films, multilayer films, membranes, webs, sheets, foams, gaskets, multilayer laminates, films, tubes, and/or pipes which in turn are well suited for preparation of parent and transdermal delivery or disposable absorbent articles such as diapers, sanitary napkins, tampons, incontinence products, hospital gowns or bed pads.

WU 636771

PCT/US01/069

THERMOPLASTIC SUPERABSORBENT POLYMER BLEND COMPOSITIONS
AND THEIR PREPARATION

- The present invention relates to a thermoplastic polymer blend composition comprising a superabsorbent polymer and method of preparation thereof.
- Superabsorbent polymers are well-known materials that are used in a variety of applications ranging from personal care articles such as diapers to water barrier applications in the construction industry to water blocking agents in communications cables to liquid absorbers in food packaging systems. These polymers are known to absorb several times their weight of, for example, moisture, water, saline solution, urine, blood, and serous body fluids.
- One of the challenges of using superabsorbent polymer particles within an absorbent device is the containment or fixation of the superabsorbent polymer particles. Depending on the particular absorbent device, different approaches to contain or fix the superabsorbent polymer particles have been taken. For example, disposable absorbent products such as diapers, sanitary napkins, tampons, and incontinence products, typically comprise a mast or batt wrapped with a liner wherein the batt usually comprises the superabsorbent polymer in particulate form, see U.S. Patent No. 3,670,731. However, loss of particles and/or redistribution of the particles within the device, sometimes referred to as shakedown, often occurs.
- An attempt to reduce shakedown is taught in U.S. Patent No. 4,806,598 which discloses nonwoven webs made from a thermoplastic polymer composition comprising a polyoxyethylene superabsorbent comprising a soft segment bonded to a hard segment through a reaction with a third segment and a thermoplastic polymer. However, there is little interaction between the polyoxyethylene superabsorbent and the thermoplastic polymer and the blends are not stable with regard to phase separation. Further, webs made from the thermoplastic polymer composition do not demonstrate adequate wet strength and attempts to improve the wet strength of the webs by replacing some of the thermoplastic polymer composition with a low density polyethylene results in substantially decreasing the water absorbency of the web.
- In power and communication cable applications different approaches have been tried to bind or fix superabsorbent polymers as water-blocking agents. For example, see U.S. Patent No. 4,966,809 which discloses water-blocking tapes made by mixing a

WO 02/07791

PCT/US99/21869

superabsorbent polymer and a polymeric binder and then spreading the mixture on nonwoven fabrics, see U.S. Patent No. 5,461,195 which discloses a superabsorbent polymer mixed with a thixotropic agent to form a gel which is used to fill the spaces between the wires of the cable or see U.S. Patent No. 5,925,461 which discloses strengthening members or buffer tubes coated or impregnated with a hot melt adhesive comprising a superabsorbent.

Mixtures of superabsorbent polymers and binders are characterized by a number of disadvantages and/or limitations, such as manufacturing and operating temperature limitations, lack of adhesion to the substrates to which the mixture is applied, and delaminating when the article is pulled in the tensile direction, that contribute to abrasion when the article is being fabricated. Further, tapes add additional components in the construction of cables causing considerable unwanted increases in their costs and diameters. Cables using filler gels are characterized by a number of disadvantages and/or limitations such as manufacturing and operating temperature limitations, formation of voids which lead to paths of water migration, and difficulties meeting industry standards.

Other methods to bind superabsorbent polymers are known. For example see, U.S. Patent No. 5,516,585 which discloses a method of coating discontinuous fibers with a thermoset binder material which binds particles of superabsorbent wherein the discontinuous fibers are formed into a web. In a method described in U.S. Patent No. 4,392,908 superabsorbent polymer particles are coated with a thermoplastic resin and fixed to a water-absorbent substrate by applying heat to soften the thermoplastic coating of the particles and pressing the particles and substrate to cause the particles to bind to the substrate. These methods are expensive requiring specialized equipment and/or many steps and have limited commercial applicability.

Further, films and laminates of superabsorbent polymers have been made from solutions of superabsorbent polymers followed by heating and/or removing the solvent. For examples of cross-linked superabsorbent polymer films and laminates see U.S. Patent Nos. 3,926,891, 4,076,673 and 4,117,184. For examples of non-cross-linked superabsorbent polymer films see U.S. Patent Nos. 3,935,099, 3,997,484 and 4,090,013. U.S. Patent No. 3,669,103 describes a method to make thin formed polyurethane thermoset sheet comprising superabsorbent polymer particles. Unfortunately, these methods of forming films, laminates and sheet are impractical for large-scale commercial use.

WU 6267791

PCT/US02/1869

It would be desirable to have a superabsorbent polymer composition with improved containment of superabsorbent polymer particles for use in absorbent devices such as personal-care articles and cable wrap components while maintaining good absorptive properties. Further, it would be desirable for such a superabsorbent polymer composition to be easily and conveniently shaped into a variety of useful forms, especially on a commercial scale.

The present invention is such a composition. It is a thermoplastic superabsorbent polymer blend composition comprising (a) a superabsorbent polymer (b) a thermoplastic resin and optionally (c) a surfactant wherein components (a) and (b) interact with each other ionically or covalently and the blend composition can be formed by extrusion, for example, into film, sheet, laminates, foams, profiles and injection molded articles.

In another aspect, the present invention is a process for preparing the abovementioned extrudable thermoplastic superabsorbent polymer blend composition.

In a further aspect, the present invention involves a method of extruding or molding the abovementioned extrudable thermoplastic superabsorbent polymer blend composition.

In yet a further aspect, the invention involves extruded (for example, film, sheet, foam, and laminates) or molded articles of the abovementioned extrudable thermoplastic superabsorbent polymer blend composition.

In yet a further aspect, the invention involves articles comprising extruded or molded articles of the abovementioned extrudable thermoplastic superabsorbent polymer blend composition.

The blend compositions and extruded and molded articles of the present invention may be employed in a wide variety of uses as are known in the art, such as, for example, the assembly or coconstruction of cable wrap components and various disposable absorbent articles, such as sanitary napkins, disposable diapers, hospital gowns, and bed pads.

The superabsorbent water-swallowable or lightly cross-linked hydrophilic polymers suitably employable in the present invention can be any of the known hydrophilic polymers that are capable of absorbing large quantities of fluids. These polymers are well known in the art and are widely commercially available.

Examples of some suitable polymers and processes, including gel polymerization processes, for preparing superabsorbent polymers are disclosed in U.S. Patent Nos. 3,997,484; 3,924,891; 3,925,089; 4,090,013; 4,093,776; 4,340,706; 4,446,261; 4,683,274; 4,459,396; 4,708,597; 4,076,663; 4,190,562; 4,286,082; 4,857,610; 4,985,518; and

W/O 620/7791

PCT/US90/21969

5,145,906. In addition, see Buchholz, F.L. and Graham, A.T., "Modern Superabsorbent Polymer Technology," John Wiley & Sons (1998) and Lisa Brannan-Peppas and Ronald S. Harland, "Absorbent Polymer Technology" Elsevier (1990).

Preferred superabsorbent polymers are prepared from water-soluble

- 5 α,β -ethylenically unsaturated monomers such as monocarboxylic acids, vinyl polycarboxylic acids, acrylamide and their derivatives. More preferred superabsorbent polymers are cellulose or starch-graft copolymers, such as starch-g-poly(acrylonitrile), and starch-g-poly(acrylic acid); polyacrylamides; polyvinyl alcohols; poly(acrylic acids); high molecular weight polymers, preferably cross-linked, of ethyleneoxide (EO) and propyleneoxide (PO); copolymers of sulfonic acid group containing monomers, such as vinyl sulfonic acid, sodium sulfobetaine methacrylate, 2-Acrylamido-2-Methylpropane-sulfonic acid or the sodium salt (AMPS).
- 10 Most preferred superabsorbent polymers are crosslinked, partially neutralized and/or surface treated. Preferably, the level of crosslinking is selected to give the desired swelling characteristics for the particular application. Generally, the degree of neutralization is from 30 to 100 percent, more preferably from 50 to 80 percent. Neutralization with a basic substance containing a Group I metal ion, such as sodium, is preferred. A preferred surface treatment consists of a post polymerization reaction to effect the surface crosslinking of the superabsorbent polymer.

- 20 The amount of the superabsorbent polymer to be included in the thermoplastic superabsorbent polymer blend composition according to the present invention will vary depending, for example, upon the type of superabsorbent polymer used, the type of thermoplastic resin used, the desired extruded or molded product, the extruded or molded product's end use application, the desired level of blocking, absorbing or stopping the migration of water and/or other fluids in the end use application.

- 30 The superabsorbent polymer is present in an amount equal to or greater than about 1 part per weight, preferably equal to or greater than 5 parts per weight, more preferably equal to or greater than 10 parts per weight, even more preferably equal to or greater than 15 parts per weight and most preferably equal to or greater than 20 parts per weight based on the weight of the thermoplastic superabsorbent polymer blend composition. The amount of superabsorbent polymer is present in an amount equal to or less than 70 part per weight, preferably equal to or less than 65 parts per weight, more preferably equal to or less than 60 parts per weight, even more preferably equal to or less than 55 parts per weight and most

WU 0267791

PCT/US01/21869

preferably equal to or less than 50 parts per weight based on the weight of the thermoplastic superabsorbent polymer blend composition.

In addition to a superabsorbent polymer, the blend composition of the present invention contains at least one thermoplastic resin that interacts (that is, ionically, covalently) with the superabsorbent polymer. For example, a thermoplastic resin having an acyl groups which can undergo nucleophilic attack resulting in a substitution reaction in which a leaving group, such as $-OH$, $-Cl$, $-OOCR$, $-NH_2$ or $-OR$, is replaced by another basic group present in the superabsorbent polymer. Another example is a thermoplastic resin containing carbonyl groups that can undergo a nucleophilic attack gaining a proton and adding another basic group present in the superabsorbent polymer. Under these conditions the reaction product of the thermoplastic resin and superabsorbent polymer may form a uniform and/or co-continuous non-separating polymer blend.

Preferred thermoplastic resins have functional groups such as acyl or carbonyl groups (for example, α,β -unsaturated carbonyl compounds, hydroxy acids, dicarboxylic acids, keto acids, anhydrides, carboxylic acids, aldehydes, ketones, acid halides, esters, amides, etc.), sulfonyl halides, ethers, phenols, aryl halides, epoxides, carbohydrates, alcohols, azides, and amines.

The preferred thermoplastic resins are acrylic polymers, with polyacrylic acid (PAA), ethylene and acrylic acid copolymers (EAA), ethylene, *n*-butylacrylate and acrylic acid terpolymer (EBAAA), ethylene and methacrylic acid copolymers (EMAA), ionomers of ethylene and methacrylic acid copolymers especially the sodium and zinc ionomers, ethylene, vinyl acetate and carbon monoxide terpolymers (EVACO), ethylene and carbon monoxide copolymers (ECO), ethylene, acrylic acid and carbon monoxide terpolymers (EAACO), ethylene, *n*-butylacrylate and carbon monoxide terpolymer (EBACO) and blends thereof being most preferred.

The most preferred thermoplastic resins are 1) an EAA copolymer, wherein the EAA copolymer may be a blend of two or more EAA copolymers, preferably having a composition from 10 to 20 weight percent acrylic acid based on the weight of the copolymer and a melt flow rate (MFR) from 100 to 200 grams per 10 minutes ($g/10\text{ min.}$) under conditions of 190°C and an applied load of 2.16 kg., 2) ionomers of EMAA, preferably the zinc ionomer, 3) EVACO, preferably having a carbon monoxide content of at least 9 percent based on the weight of the terpolymer or 4) blends thereof.

WO 03/07791

PCT/US02/21669

The thermoplastic resin is present in an amount equal to or greater than 30 part per weight, preferably equal to or greater than 35 parts per weight, more preferably equal to or greater than 40 parts per weight, even more preferably equal to or greater than 45 parts per weight and most preferably equal to or greater than 50 parts per weight based on the weight of the thermoplastic superabsorbent polymer blend composition. The amount of thermoplastic resin is present in an amount equal to or less than 99 parts per weight, preferably equal to or less than 95 parts per weight, more preferably equal to or less than 90 parts per weight, even more preferably equal to or less than 85 parts per weight and most preferably equal to or less than 80 parts per weight based on the weight of the thermoplastic superabsorbent polymer blend composition.

It should be apparent to those having ordinary skill in the art that the present invention contemplates blends containing two or more superabsorbent polymers and/or blends of two or more thermoplastic resins (for example, EAA/EVACO, EMAA/EAA, a first EAA/a second EAA).

While the blend compositions of the present invention contain at least one superabsorbent polymer, such blend compositions may or may not be superabsorbent, depending upon the level and absorbency of the superabsorbent polymer in the blend composition and the availability of the superabsorbent polymer to aqueous media.

The blend compositions of the present invention can be further blended with other thermoplastic polymers, preferably low density polyethylene (LDPE), linear low density polyethylene (LLDPE), very low density polyethylene (VLDPE), polypropylene (PP), polystyrene (PS), ethylene and methylacrylate copolymer (EMA), ethylene and ethylacrylate copolymer (EAA), ethylene and n-butylacrylate copolymer (BAA), polyethylene grafted with maleic anhydride grafted (PE g-MAH), ethylene and vinyl acetate copolymer (EVA), ethylene and vinyl acetate copolymer grafted with maleic anhydride grafted (EVA g-MAH), or combinations thereof.

The blend compositions of the present invention may further comprise additional additives commonly used in compositions of this type such as lubricants, extenders, compatibilizers, plasticizers, low and high molecular weight waxes, surfactants, stabilizers, pigments, carbon black and fillers such as talc, titanium dioxide (TiO₂), calcium carbonate (CaCO₃), magnesium oxide (MgO), and mica.

WU 0267791

PC7USRU21869

The blend compositions of the present invention may further be blended with a solvent to form a dispersion or paste. One skilled in the art can readily choose the type and amount of solvent depending on the particular end use.

As used herein, the phrase "extrudable thermoplastic superabsorbent polymer blend compositions" means that: (1) the blend composition is melt processable in an extrusion, injection molding and/or blow molding process, (2) the extrudate is either comminuted to pellets or directly extruded or molded by extrusion fabrication techniques, (3) the pellets have a measurable melt flow rate, melt draw rate and melt strength sometimes referred to as melt tension and (4) the pellets can be re-extruded by an extrusion fabrication techniques. Preferably, the blend compositions of the present invention do not cause plugging, die-face build up, surging, melt fracture, pinholes, tearing and/or poor extrudate properties (that is, strand dropping, delamination) during the extrusion process.

A melt indexer is used to determine melt flow rate (MFR), melt tension and draw down rate. MFR is determined by ASTM D 1238; the test conditions (that is, temperature and applied load) depend upon the thermoplastic resin used. Melt tension is determined from a load cell attached at the bottom of the melt indexer which measures the load required to pull the extrudate from the die of the melt indexer to a take up reel at some given speed measured in feet per minute (fpm). The draw down rate (fpm) is determined by how fast the extrudate coming out of the melt indexer can be pulled before it breaks. When MFR conditions are selected to give a MFR between 0.1 and 300 g/10 min, the thermoplastic superabsorbent polymer blend composition has a melt draw down rate between 5 and 100 fpm and a melt tension between 0.1 and 10.

The components of the extruded blend composition can be co-continuous or separate phases (one being continuous and one or more being dispersed therein) as long as phase separation does not have a significant deleterious effect on the melt processability or performance of the blend composition.

Preferred extrusion fabrication techniques include preparing melt blown or cast films; extrusion coating; (co)extruding nonwoven webs, including spun bond nonwoven webs, melt blown nonwoven webs, or composites comprising combinations thereof, sheets, foams, profiles, multilayer laminates, fibers including monofilament fibers and biocomponent monofilament fibers, tubes, rods or pipes; blow molding articles; injection molding articles (including solid, co-injection, structural foam and gas assist injection molding). Preferred nonwoven webs comprise spun bond nonwoven webs comprising one.

WG 0307791

PCT/US02/21869

or more bi-component fiber, melt blown nonwoven webs comprising one or more bi-component fiber, and a composite structure comprising at least one layer of one or more spun bonded nonwoven web and at least one layer of one or more melt blown nonwoven web wherein one or more layers of the composite comprise bi-component fibers.

5 The thermoplastic superabsorbent polymer blend compositions of the present invention can be extruded into foam using a chemical or physical blowing agent. Further, the thermoplastic superabsorbent polymer can be blended with other miscible or compatible thermoplastic polymers such as LDPE, LLDPE, VLDPE, PP, PS, EEA, EMA, ENBA, PB
10 g-MAH, EVA, or EVA g-MAH. One skilled in the art can choose the type and amount of blowing agent as well as other polymers to blend with the thermoplastic superabsorbent polymer for the particular end use in order to modify the cell size, structure, porosity, microcellular nature and absorbency characteristics of the thermoplastic superabsorbent polymer foam as desired.

The blend compositions to make foam may further comprise additional additives
15 commonly used in compositions of this type such as lubricants, extenders, emollients, compatibilizers, plasticizers, low and high molecular weight waxes, surfactants, stabilizers, pigments, carbon black and fillers such as talc, TiO_2 , CaCO_3 , MgO , and mica.

Further, extruded pellets or sheet can be compression molded, calendared, vacuum
20 formed or thermoformed. Preparation of the thermoplastic superabsorbent polymer blend compositions of this invention can be accomplished by any suitable mixing means known in the art. Typically the components and any additional additives are blended in a tumbler or shaker in powder, particulate and/or pellet form with sufficient agitation to obtain thorough distribution thereof. The dry-blended formulation can further be subjected to shearing
25 stresses at a temperature sufficient to heat soften and melt-mix the polymers, for example in an extruder, with or without a vacuum, or other mixing apparatuses (for example, a Banbury mixer, roller mill, Henschel mixer, a ribbon blender). Further, additional powder, particulate and/or liquid additives may be added to the composition during the mixing process. Such melt-mixed material can be extruded to make the finished article (that is,
30 film, sheet, foam, profile) or recovered in the form of a pellet, powder or flake, preferably a pellet. The extrudate may be comminuted to pellets by any conventional means such as a strand chopper or an underwater die cutter.

The extrudate from the melt-mixing may be cooled by any method known in the art, such as air cooled, gas cooled, belt cooled, and liquid cooled by passing through a liquid

WU 8367791

PC/TES01/21869

bath. Preferably a stainless steel belt cooler, for example manufactured by Sundvik Process Systems, Sweden or a Compact Conti Cooler manufactured by BBA AG, Switzerland, or an aqueous liquid bath, preferably where the pH is less than 1.0 or an aqueous liquid bath with a water hardness of greater than 25 French Degrees, more preferably an aqueous liquid bath with a specific gravity greater than 1.05 as measured with a densitometer is used. The aqueous bath preferably contains a saturated salt solution containing a Group 1 metal ion, preferably sodium, such as sodium chloride (NaCl), sodium sulfate (Na_2SO_4), and sodium bicarbonate (NaHCO_3).

Further, to minimize the effect of the water on the superabsorbent compound it has been discovered that maintaining the temperature of the liquid bath less than 23°C and preferably less than 20°C effectively cools the pellets without grossly activating the superabsorbent polymer in the blend composition.

It has further been found that when using an underwater pelletizer, optimizing the transfer pipe length from the underwater pelletizer to the separating dryer minimizes the activation of the superabsorbent polymer in the blend composition.

Blowing cool air in the pellet-collecting vessel, such as the use of a fluidized bed cooler, to drive away the remaining moisture on the pellets further improves the drying process.

It has been found using a process comprising an underwater die face cutter, a saturated NaHCO_3 solution having a specific gravity greater than 1.05 and a temperature less than 20°C and blowing cool air in the pellet-collecting vessel yields an extrudable thermoplastic superabsorbent polymer blend composition in a free flowing plastic pellet form having a moisture content ranging from 0.2 to 4 weight percent depending on the superabsorbent polymer, concentration of superabsorbent polymer in the blend composition and the base thermoplastic resin, wherein moisture weight percent is based on the weight of the blend composition.

The melt-mixed material (powder, flake or pellet) can be re-extruded or molded to make the finished article. Dry blends of the blend compositions can also be directly injection molded or metered into another melt fabrication process without pre-mix-mixing.

The extrudable thermoplastic superabsorbent polymer blend compositions of the present invention are useful in the pellet, flake or powder form for use in cat litter, solidified gases/foids, gelled ice, soil conditioner, frost control, agricultural delivery systems, gelled biohazards, spill control, for the fabrication of articles such as foams, such as closed, semi-

WU 0207791

PCT/US02/21669

porous or microcellular or open cell, biocomponent fibers and waterproof or waterblocking coating systems, thick film or sheet for such applications as disposable absorbent articles, such as sanitary napkins, disposable diapers, hospital gowns, and bed pads, films for such applications as moisture sensitive systems, moisture, such as water, absorbing structures, for example in packaging, transportation, and construction applications, diaper backing, meat trays, carpet backing or power and communication cable water-blocking tapes, film for laminate structures such as laminated foam structures, laminated non-woven structures, film for laminates for such applications as cable shielding tapes for use in power cables or communication cables, such as fiber optical cables, copper pair cables, and coaxial cables as disclosed in U.S. Patent Nos. 3,795,540, 4,449,014, 4,731,504 and 4,322,574.

It is further desirable that when the present invention is used in the construction of cables for example, power cables and communication cables, such as fiber optical cables, copper pair cables, coaxial cables, the cables meet certain requirements of water penetration. Most desirably, a cable structure comprising an extrudable thermoplastic superabsorbent polymer blend composition resists penetration, sometimes referred to as water blocking, of water through the cable in the longitudinal direction.

To illustrate the practice of this invention, examples are set forth below.

Examples

Thermoplastic Superabsorbent Polymer Blend Compositions

In Comparative Examples A to ZZ and Examples 1 to 13 different thermoplastic resins are melt blended in a Brabender Plasticorder with CABLOC™ S50-13 a sodium polyacrylate superabsorbent polymer that is surface cross-linked having a particle size distribution of 1 to 300 micrometers available as a powder from Stockhausen and supplied by the Stewart Superabsorbents LLC. Unless otherwise noted, the ratio of superabsorbent polymer to thermoplastic resin is 40:60. The Brabender Plasticorder conditions are: Barrel temperature ranging from 275 to 420°F depending on the thermoplastic resin being used; Mixing revolutions per minute (RPM) are 80; and Mixing times range from 1.5 to 2 minutes. A melt indexer is used to determine the melt flow rate, melt tension and melt draw down rate of the polymer blends.

Table 1 lists the compositions for Comparative Examples A to ZZ and Examples 1 to 13 and their properties. In Table 1 blend compositions which can be melt blended in some fashion and pressed into a shape or molded into a sheet or an article, but do not meet the criteria set forth herein as extrudable are designated not extrudable.

WU 01617791

PCT/US01/21869

Comparative Examples AB to AN and Examples 14 to 17 are compounded on a WP ZK30 twin screw extruder. The SAP and the polymer are fed separately into the feed section of the extruder, the vent port of the extruder is open to the atmosphere and the extrudate is air-cooled.

- 5 The compositions of Comparative Examples AB to AN and Examples 14 to 17 and extruder temperatures are given in Table 2, the superabsorbent polymer is present in parts by weight based on the weight of the thermoplastic superabsorbent polymer blend composition. In Table 2 compositions that demonstrate die face build-up and/or plugging are designated "not" extrudable.

WG 0207791

PC/TUSM/21869

Table 1

Compound	Chem. No.	Grade	Sample	Type	Mass Spectrometry Data (m/z vs. Relative Abundance)					Molecular Weight	Elemental Analysis
					MRM	MRM	MRM	MRM	MRM		
A	ATVIRP-1000	Grade 1	Sample 1	LOPE	100	100	100	100	100	100	100
B	LOPE-1000	Grade 1	Sample 2	LOPE	100	100	100	100	100	100	100
C	LOPE-1000	Grade 1	Sample 3	LOPE	100	100	100	100	100	100	100
D	LOPE-1000	Grade 1	Sample 4	LOPE	100	100	100	100	100	100	100
E	LOPE-1000	Grade 1	Sample 5	LOPE	100	100	100	100	100	100	100
F	LOPE-1000	Grade 1	Sample 6	LOPE	100	100	100	100	100	100	100
G	ATVIRP-1000	Grade 1	Sample 7	LOPE	100	100	100	100	100	100	100
H	ATVIRP-1000	Grade 1	Sample 8	LOPE	100	100	100	100	100	100	100
I	ATVIRP-1000	Grade 1	Sample 9	LOPE	100	100	100	100	100	100	100
J	ATVIRP-1000	Grade 1	Sample 10	LOPE	100	100	100	100	100	100	100
K	ATVIRP-1000	Grade 1	Sample 11	LOPE	100	100	100	100	100	100	100
L	ATVIRP-1000	Grade 1	Sample 12	LOPE	100	100	100	100	100	100	100
M	ATVIRP-1000	Grade 1	Sample 13	LOPE	100	100	100	100	100	100	100
N	ATVIRP-1000	Grade 1	Sample 14	LOPE	100	100	100	100	100	100	100
O	ATVIRP-1000	Grade 1	Sample 15	LOPE	100	100	100	100	100	100	100
P	ATVIRP-1000	Grade 1	Sample 16	LOPE	100	100	100	100	100	100	100
Q	ATVIRP-1000	Grade 1	Sample 17	LOPE	100	100	100	100	100	100	100
R	ATVIRP-1000	Grade 1	Sample 18	LOPE	100	100	100	100	100	100	100
S	ATVIRP-1000	Grade 1	Sample 19	LOPE	100	100	100	100	100	100	100
T	ATVIRP-1000	Grade 1	Sample 20	LOPE	100	100	100	100	100	100	100
U	ATVIRP-1000	Grade 1	Sample 21	LOPE	100	100	100	100	100	100	100
V	ATVIRP-1000	Grade 1	Sample 22	LOPE	100	100	100	100	100	100	100
W	ATVIRP-1000	Grade 1	Sample 23	LOPE	100	100	100	100	100	100	100
X	ATVIRP-1000	Grade 1	Sample 24	LOPE	100	100	100	100	100	100	100

= 1.2

Table 1 Continued

[illegible]

Table 1 Continued

Sample	Gen. Et.	Genus	Species	Microelement Type	Mean, mg/kg			Max. mg/kg			
					Unit, mg/kg	SE, mg/kg	Max. mg/kg	Unit, mg/kg	SE, mg/kg	Max. mg/kg	
3	XX	ANIS	ANIS	Low Chlorophyll	0	2.8	1.0	5	0	0	0
4	XX	PHACELIA	PHACELIA	Low Chlorophyll	0	0.7	0.2	1	0	0	0
5	XX	PHACELIA	PHACELIA	Low Chlorophyll	0	1.7	0.5	3	0	0	0
6	XX	PHACELIA	PHACELIA	Low Chlorophyll	0	0.8	0.3	1	0	0	0
7	XX	PHACELIA	PHACELIA	Low Chlorophyll	0	0.8	0.3	1	0	0	0
8	XX	PHACELIA	PHACELIA	Low Chlorophyll	0	0.9	0.3	1	0	0	0
9	XX	PHACELIA	PHACELIA	Low Chlorophyll	0	1.8	1.4	3	0	0	0
10	XX	PHACELIA	PHACELIA	Low Chlorophyll	0	0.2	0.2	0	0	0	0
11	XX	PHACELIA	PHACELIA	Low Chlorophyll	0	0.2	0.2	0	0	0	0
12	XX	PHACELIA	PHACELIA	Low Chlorophyll	0	1.8	1.4	3	0	0	0
13	XX	PHACELIA	PHACELIA	Low Chlorophyll	0	0.2	0.2	0	0	0	0
14	XX	PHACELIA	PHACELIA	Low Chlorophyll	0	0.2	0.2	0	0	0	0
15	XX	PHACELIA	PHACELIA	Low Chlorophyll	0	0.2	0.2	0	0	0	0
16	XX	PHACELIA	PHACELIA	Low Chlorophyll	0	0.2	0.2	0	0	0	0
17	XX	PHACELIA	PHACELIA	Low Chlorophyll	0	0.2	0.2	0	0	0	0
18	XX	PHACELIA	PHACELIA	Low Chlorophyll	0	0.2	0.2	0	0	0	0
19	XX	PHACELIA	PHACELIA	Low Chlorophyll	0	0.2	0.2	0	0	0	0
20	XX	PHACELIA	PHACELIA	Low Chlorophyll	0	0.2	0.2	0	0	0	0
21	XX	PHACELIA	PHACELIA	Low Chlorophyll	0	0.2	0.2	0	0	0	0
22	XX	PHACELIA	PHACELIA	Low Chlorophyll	0	0.2	0.2	0	0	0	0
23	XX	PHACELIA	PHACELIA	Low Chlorophyll	0	0.2	0.2	0	0	0	0
24	XX	PHACELIA	PHACELIA	Low Chlorophyll	0	0.2	0.2	0	0	0	0
25	XX	PHACELIA	PHACELIA	Low Chlorophyll	0	0.2	0.2	0	0	0	0
26	XX	PHACELIA	PHACELIA	Low Chlorophyll	0	0.2	0.2	0	0	0	0
27	XX	PHACELIA	PHACELIA	Low Chlorophyll	0	0.2	0.2	0	0	0	0
28	XX	PHACELIA	PHACELIA	Low Chlorophyll	0	0.2	0.2	0	0	0	0
29	XX	PHACELIA	PHACELIA	Low Chlorophyll	0	0.2	0.2	0	0	0	0
30	XX	PHACELIA	PHACELIA	Low Chlorophyll	0	0.2	0.2	0	0	0	0
31	XX	PHACELIA	PHACELIA	Low Chlorophyll	0	0.2	0.2	0	0	0	0
32	XX	PHACELIA	PHACELIA	Low Chlorophyll	0	0.2	0.2	0	0	0	0
33	XX	PHACELIA	PHACELIA	Low Chlorophyll	0	0.2	0.2	0	0	0	0
34	XX	PHACELIA	PHACELIA	Low Chlorophyll	0	0.2	0.2	0	0	0	0
35	XX	PHACELIA	PHACELIA	Low Chlorophyll	0	0.2	0.2	0	0	0	0
36	XX	PHACELIA	PHACELIA	Low Chlorophyll	0	0.2	0.2	0	0	0	0
37	XX	PHACELIA	PHACELIA	Low Chlorophyll	0	0.2	0.2	0	0	0	0
38	XX	PHACELIA	PHACELIA	Low Chlorophyll	0	0.2	0.2	0	0	0	0
39	XX	PHACELIA	PHACELIA	Low Chlorophyll	0	0.2	0.2	0	0	0	0
40	XX	PHACELIA	PHACELIA	Low Chlorophyll	0	0.2	0.2	0	0	0	0

24

EBAQO = ethylene, *n*-butylacrylate and carbon monoxide copolymer
 EVACO = ethylene, vinyl acetate and carbon monoxide copolymer
 EEA = ethylene and ethyl acrylate copolymer
 EAA = ethylene and acrylic acid copolymer

AA = acrylic acid
EMA = ethylene and methacrylic acid copolymer
EMA-AA = ethylene and methyl acrylate and acrylic acid copolymer

Ag = sodium
Zn = ZnO
Condition B = 126°C/2.16 kg

Condition C = 150°C/2.15 kg
Condition E = 180°C/2.15 kg
Condition G = 200°C/5.0 kg

Conversion 1 = 1000 Cal, 10 kg

-15-

[illegible]

17	SEVALOIL Emulsion	Current	EVACO	8/P-4
----	-------------------	---------	-------	-------

10. Aqua Coat is a thermosetting, non-toxic, water-absorbent polymer, manufactured by Aqua-Adhes Polyethylene oxide

run 1 = experimental polymer
run 2 = polyethylene
run 3 = polypropylene
run 4 = polystyrene
run 5 = polyethylene
run 6 = polypropylene
run 7 = polystyrene
run 8 = polyethylene
run 9 = polypropylene
run 10 = polystyrene
run 11 = polyethylene
run 12 = polypropylene
run 13 = polystyrene
run 14 = polyethylene
run 15 = polypropylene
run 16 = polystyrene
run 17 = polyethylene
run 18 = polypropylene
run 19 = polystyrene
run 20 = polyethylene
run 21 = polypropylene
run 22 = polystyrene
run 23 = polyethylene
run 24 = polypropylene
run 25 = polystyrene
run 26 = polyethylene
run 27 = polypropylene
run 28 = polystyrene
run 29 = polyethylene
run 30 = polypropylene
run 31 = polystyrene
run 32 = polyethylene
run 33 = polypropylene
run 34 = polystyrene
run 35 = polyethylene
run 36 = polypropylene
run 37 = polystyrene
run 38 = polyethylene
run 39 = polypropylene
run 40 = polystyrene
run 41 = polyethylene
run 42 = polypropylene
run 43 = polystyrene
run 44 = polyethylene
run 45 = polypropylene
run 46 = polystyrene
run 47 = polyethylene
run 48 = polypropylene
run 49 = polystyrene
run 50 = polyethylene
run 51 = polypropylene
run 52 = polystyrene
run 53 = polyethylene
run 54 = polypropylene
run 55 = polystyrene
run 56 = polyethylene
run 57 = polypropylene
run 58 = polystyrene
run 59 = polyethylene
run 60 = polypropylene
run 61 = polystyrene
run 62 = polyethylene
run 63 = polypropylene
run 64 = polystyrene
run 65 = polyethylene
run 66 = polypropylene
run 67 = polystyrene
run 68 = polyethylene
run 69 = polypropylene
run 70 = polystyrene
run 71 = polyethylene
run 72 = polypropylene
run 73 = polystyrene
run 74 = polyethylene
run 75 = polypropylene
run 76 = polystyrene
run 77 = polyethylene
run 78 = polypropylene
run 79 = polystyrene
run 80 = polyethylene
run 81 = polypropylene
run 82 = polystyrene
run 83 = polyethylene
run 84 = polypropylene
run 85 = polystyrene
run 86 = polyethylene
run 87 = polypropylene
run 88 = polystyrene
run 89 = polyethylene
run 90 = polypropylene
run 91 = polystyrene
run 92 = polyethylene
run 93 = polypropylene
run 94 = polystyrene
run 95 = polyethylene
run 96 = polypropylene
run 97 = polystyrene
run 98 = polyethylene
run 99 = polypropylene
run 100 = polystyrene

WU 9287791

PCT/HUS/21869

Comparative Examples AO to AW are different neat thermoplastic resins, Comparative Example AU is neat superabsorbent polymer CABLOC 850-15, AV is the neat superabsorbent polymer CABLOC 80HS, AW is the neat superabsorbent polymer CABLOC 88HS and Examples 18 to 30 are different thermoplastic resins compounded with a superabsorbent polymer. A ZSK 58 millimeter (mm) co-rotating bi-lobe twin screw extruder having a low shear mixing screw and 10 temperature zones is used. The superabsorbent polymer is fed using a side port powder screw feeder between zones 4 and 5. Mixing occurs in zone 6. The transition point between zone 8 and 9 is the vent port. There is a kneading mixing section prior to the vent port. The temperature ranges for the first 3 zones is from 65 to 120°F, for zones 4 and 5 it is from 240 to 255°F, for zones 6 to 8 it is from 320 to 335°F and for zones 9 and 10 it is from 270 to 330°F. The melt temperature is maintained at 310°F.

The blend compositions are extruded through a 24 hole underwater die having hole diameters of 0.110 inch into a liquid bath containing a NaHCO₃ solution having a specific gravity of greater than 1.05 as measured with a densitometer with a temperature maintained below 20°C. A Gels underwater pelletizer with 3 cutting blades is used to pelletize the extrudates. The distance from the underwater pelletizer to the separating dryer is optimized to minimize the adsorption of water. Further, cool air is blown on the pellets in the pellet-collecting vessel driving away any remaining moisture on the pellets.

The absorption capacity in pure water (WAC) of the neat thermoplastic resins Comparative Examples AO to AT, the neat superabsorbent polymers Comparative Examples AU to AW and the thermoplastic superabsorbent polymer blend compositions Examples 18 to 30 is measured according to the following procedure: For the thermoplastic superabsorbent polymer blend compositions a sample determined to contain 1 gram of the superabsorbent polymer (based on the percent superabsorbent polymer in the blend composition) weighing W_1 is placed in 1.5 liter of distilled water and is shaken on a shaker for 2 hours. The water is filtered from the swollen particles through a 75 micrometer sieve. The weight of the swollen particles (W_2) is then measured. The amount of water absorbed, W_w , is $W_2 - W_1$. For the neat resins and neat superabsorbent polymers a sample weighing 1 gram is subjected to the same procedure described herein above.

The compositions and water absorbed for Comparative Examples AO to AW and Examples 18 to 30 are shown in Table 3, the superabsorbent polymer is present in parts by weight based on the weight of the thermoplastic superabsorbent polymer blend composition

WU 0207791

PCT/US03/21869

and water absorption is reported as grams of distilled water absorbed per gram of superabsorbent polymer.

Table 3

Example	Comp. Ex.	Thermoplastic Resin	CABLOC 850-13, parts	CABLOC 850-15, parts	CABLOC 850-15, parts	Water Absorption, g
	AO	SURLYN 1702				9
18		SURLYN 1702	25			3
19		SURLYN 1702	45			218
20		PRIMACOR blend (a)	40			254
21		ELVALOY 9F48H	40			231
22		PRIMACOR 3460	60			229
23		SURLYN 1702		20		2
24		PRIMACOR blend (a)		20		1
25		PRIMACOR blend (a)		30		2
	AP	PRIMACOR blend (a)				8
26		PRIMACOR blend (a)		40		129
	AO	ELVALOY 9F48H				0
27		ELVALOY 9F48H		20		2
28		PRIMACOR 3460		40		118
	AR	XUS60751.17				0
29		SURLYN 1702			30	1
	AS	PRIMACOR 3460			45	0
30		SURLYN 1702				46
	AT	PRIMACOR 3260				0
	AU		100			172
	AV			100		136
	AW				130	153

(a) 50:50 blend of PRIMACOR 3460/PRIMACOR 3260

(b) 50:50 blend of PRIMACOR 1430 and 3125 80/50:1.17 (BAA with 20.0% PAA)

10 Thermoplastic Superabsorbent Polymer Blended with Polyethylene

In Examples 31 to 38 thermoplastic superabsorbent polymer is melt blended in a Brabender Plastocorder with a 70:30 LLDPE:LDPE polymer blend. The thermoplastic superabsorbent polymer comprises 40 weight percent CABLOC T5066-F which is a sodium polyacrylate superabsorbent polymer that is surface cross-linked having a particle size distribution of about 1 to about 60 micrometers available as a powder from Stockhausen and supplied by the Stewart Superabsorbents LLC and 60 weight percent of a 50:50 PRIMACOR 5980:PRIMACOR 3460 polymer blend. The Brabender Plastocorder conditions are: Barrel temperature is set at 275°F; Mixing RPM is 80; and Mixing times range from 1.5 to 2 minutes. A melt indexer is used to determine the melt flow rate, melt

WU 6297791

PCT/US91/21669

tion and melt draw down rate of the polymer blends. The blend compositions are considered extrudable. The compositions of Examples 31 to 38 and their MFR, melt tension and draw rates are given in Table 4.

Table 4

Example	Transcription	Transcription of the "A" sequence	UPPER CASE "A" sequence	Word Match	UPC Character	UPC P/T time	UPC Match	UPC Time	UPC Rate	UPC Error
1	9020	9020	9020	9020	C	3.57	0.7	50	100%	0.0000
2	9020	9020	9020	9020	C	3.57	0.7	50	100%	0.0000
3	9020	9020	9020	9020	C	3.57	0.7	50	100%	0.0000
4	9020	9020	9020	9020	C	3.57	0.7	50	100%	0.0000
5	9020	9020	9020	9020	C	3.57	0.7	50	100%	0.0000
6	9020	9020	9020	9020	C	3.57	0.7	50	100%	0.0000
7	9020	9020	9020	9020	C	3.57	0.7	50	100%	0.0000
8	9020	9020	9020	9020	C	3.57	0.7	50	100%	0.0000
9	9020	9020	9020	9020	C	3.57	0.7	50	100%	0.0000
10	9020	9020	9020	9020	C	3.57	0.7	50	100%	0.0000
11	9020	9020	9020	9020	C	3.57	0.7	50	100%	0.0000
12	9020	9020	9020	9020	C	3.57	0.7	50	100%	0.0000
13	9020	9020	9020	9020	C	3.57	0.7	50	100%	0.0000
14	9020	9020	9020	9020	C	3.57	0.7	50	100%	0.0000
15	9020	9020	9020	9020	C	3.57	0.7	50	100%	0.0000
16	9020	9020	9020	9020	C	3.57	0.7	50	100%	0.0000
17	9020	9020	9020	9020	C	3.57	0.7	50	100%	0.0000
18	9020	9020	9020	9020	C	3.57	0.7	50	100%	0.0000
19	9020	9020	9020	9020	C	3.57	0.7	50	100%	0.0000
20	9020	9020	9020	9020	C	3.57	0.7	50	100%	0.0000
21	9020	9020	9020	9020	C	3.57	0.7	50	100%	0.0000
22	9020	9020	9020	9020	C	3.57	0.7	50	100%	0.0000
23	9020	9020	9020	9020	C	3.57	0.7	50	100%	0.0000
24	9020	9020	9020	9020	C	3.57	0.7	50	100%	0.0000
25	9020	9020	9020	9020	C	3.57	0.7	50	100%	0.0000
26	9020	9020	9020	9020	C	3.57	0.7	50	100%	0.0000
27	9020	9020	9020	9020	C	3.57	0.7	50	100%	0.0000
28	9020	9020	9020	9020	C	3.57	0.7	50	100%	0.0000
29	9020	9020	9020	9020	C	3.57	0.7	50	100%	0.0000
30	9020	9020	9020	9020	C	3.57	0.7	50	100%	0.0000
31	9020	9020	9020	9020	C	3.57	0.7	50	100%	0.0000
32	9020	9020	9020	9020	C	3.57	0.7	50	100%	0.0000
33	9020	9020	9020	9020	C	3.57	0.7	50	100%	0.0000
34	9020	9020	9020	9020	C	3.57	0.7	50	100%	0.0000
35	9020	9020	9020	9020	C	3.57	0.7	50	100%	0.0000
36	9020	9020	9020	9020	C	3.57	0.7	50	100%	0.0000
37	9020	9020	9020	9020	C	3.57	0.7	50	100%	0.0000
38	9020	9020	9020	9020	C	3.57	0.7	50	100%	0.0000
39	9020	9020	9020	9020	C	3.57	0.7	50	100%	0.0000
40	9020	9020	9020	9020	C	3.57	0.7	50	100%	0.0000
41	9020	9020	9020	9020	C	3.57	0.7	50	100%	0.0000

LLDPE = linear low density polyethylene
 LLDPE = low density polyethylene
 Condition G = 150°C/2.16 kg
 Condition E = 170°C/2.16 kg

WO 02/07791

PCT/US92/1069

Monolayer Films

Examples 39 to 42 are monolayer films of thermoplastic superabsorbent polymer blend compositions produced using a cast line process. The thermoplastic superabsorbent polymer blend compositions comprise a thermoplastic resin and CABLOC 850-13. The temperature zones for the cast film process range from 250°F to 320°F. The fireblock and die temperatures range from 270°F to 320°F. Smooth to textured unformed film having a thickness greater than 6.0 mils or web film having a thickness less than 6.0 mils can be made depending on the take up speed.

The compositions and properties of monolayer films Examples 39 to 42 are shown in Table 5, the superabsorbent polymer is present in parts by weight based on the weight of the thermoplastic superabsorbent polymer blend composition. Absorption capacity in pure water was determined by as described hereinabove.

Table 5

Example	Thermoplastic Resin	CABLOC 850-13, parts	Water Absorption, g
39	SUPPLYN 1702	35	25
40	SUPPLYN 1702	45	226
41	PRIMACOR blend (A)	40	219
42	ELVALOY EP6604	40	238

(A) 50:50 blend of PRIMACOR 3460/ PRIMACOR 5980

Monolayer Films Containing Surfactant

Examples 43 to 46 are monolayer films containing a surfactant. The thermoplastic superabsorbent polymer is melt blended in a Brabender Plastocorder with a commercially available polyethylene containing surfactant compound. The polyethylene containing surfactant is available from AMPACET as ANTIPOG PE MB and contains 10 weight percent active surfactant, mono- and di- glycolides, in a LLDPE/LDPE base polymer. The thermoplastic superabsorbent polymer comprises 40 weight percent CABLOC T5066-F a sodium polyacrylate superabsorbent polymer that is surface cross-linked having a particle size distribution of about 1 to about 60 micrometers available as a powder from Stockhausen and supplied by the Stewart Superabsorbents LLC and 60 weight percent of a 50:50 PRIMACOR 5980:PRIMACOR 3460 polymer blend. The Brabender Plastocorder conditions are: Barrel temperature is set at 275°F; Mixing RPM is 50; and Mixing times

WU 0207791

PCT/US02/21869

range from 1.5 to 2 minutes. Water absorption and rate of absorption is measured by placing a 2 inch disc sample of a 5 to 7 mil compression molded film in a 2 inch diameter cylinder. At the bottom of the cylinder is a fine mesh screen that is 75 micrometer or less. A Teflon disk is placed on top of the film sample to secure it in place during the testing.

- 5 The cylinder containing the sample is placed on top of 4 inch glass feet so that the film sample and screen faced the glass feet. A filter paper is placed between the cylinder and the glass feet. The glass feet, filter and the cylinder is placed in a container that contains water so that the height of the water reaches the height of the glass feet. The water continuously being removed and replenished. The entire set up sits on a Mettler PG3001-S balance.
- 10 Once the cylinder containing the sample is placed on the balance, the balance is tared and water absorption and water absorption rate data is generated using a Mettler BalanceLink data acquisition software package. Table 6 lists the compositions for Examples 43 to 46 and their water adsorption amounts and rates.

Table 6

Example	Thermoplastic superabsorbent polymer, parts	AMPACET polymer, parts	Water Absorption, g	Time to reach 50% of absorption value, sec	Time to reach maximum absorption value, sec
43	100	0	1	15	225
44	80	10	2.2	40	60
45	80	20	2.8	80	120
46	20	80	1.4	45	60

Thermoplastic superabsorbent polymer = 60 weight percent 90.26 PRIMAACOR 1360/PRIMAACOR 5480 polymer blend + 40 weight percent CABLOTT 15064-F

10 Multilayer Films

- Comparative Examples AX to AZ and Examples 47 to 49 are multilayer films of thermoplastic superabsorbent polymer blend compositions produced using a blown film process. The extruder temperature zones for the thermoplastic superabsorbent polymer blend composition (layer 1) range from 250°F to 300°F. Depending on the polymer used,
- 15 the extruder temperature zones for layers 2 and 3 range from 250°F to 400°F and die temperatures range from 250°F to 400°F. The compositions and descriptions of multilayer blown film Comparative Examples AX to AZ and Examples 47 to 49 are shown in Table 7.

WU 6307711

PCT/US01/21669

Examples 50 to 53 are multilayer blown films prepared as described herein above wherein the level of CABLOC 850-13 is varied in a PRIMACOR blend resin while the composition and ratios of layers 2 and 3 are kept constant. The absorption capacity as described hereinabove and the time to gel block in pure water is determined. The time for the superabsorbent polymer to gel the water at its absorption capacity in pure water for the superabsorbent films, referred to as gel block, is measured according to the following procedure. A sample of the thermoplastic superabsorbent film composition comprising 0.15 gram of superabsorbent polymer in a vial containing 25.6 grams of distilled water. The mixture was shaken by hand until it was gel blocked. The swell initiation time is the time from when the water is added to the first observable swelling of the superabsorbent polymer.

Table 8 lists the compositions and film gauge for multilayer films Comparative Example AAA and Examples 50 to 53. Table 9 lists the water absorption, swell initiation time and time to gel block properties for multilayer films Comparative Examples AAA and Examples 50 to 53 and neat CABLOC 850-13 (Comparative Example AAB).

-23-

Sample	Co. No.	Layer 2 composition	Layer 2 description	Layer 2 ratio	Group	Notes
1	1	100% PIRACALCO 11H	100% PIRACALCO 11H	50	1	100% PIRACALCO 11H
2	2	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	2	100% PIRACALCO 11H
3	3	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	3	100% PIRACALCO 11H
4	4	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	4	100% PIRACALCO 11H
5	5	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	5	100% PIRACALCO 11H
6	6	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	6	100% PIRACALCO 11H
7	7	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	7	100% PIRACALCO 11H
8	8	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	8	100% PIRACALCO 11H
9	9	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	9	100% PIRACALCO 11H
10	10	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	10	100% PIRACALCO 11H
11	11	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	11	100% PIRACALCO 11H
12	12	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	12	100% PIRACALCO 11H
13	13	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	13	100% PIRACALCO 11H
14	14	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	14	100% PIRACALCO 11H
15	15	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	15	100% PIRACALCO 11H
16	16	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	16	100% PIRACALCO 11H
17	17	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	17	100% PIRACALCO 11H
18	18	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	18	100% PIRACALCO 11H
19	19	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	19	100% PIRACALCO 11H
20	20	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	20	100% PIRACALCO 11H
21	21	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	21	100% PIRACALCO 11H
22	22	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	22	100% PIRACALCO 11H
23	23	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	23	100% PIRACALCO 11H
24	24	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	24	100% PIRACALCO 11H
25	25	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	25	100% PIRACALCO 11H
26	26	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	26	100% PIRACALCO 11H
27	27	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	27	100% PIRACALCO 11H
28	28	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	28	100% PIRACALCO 11H
29	29	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	29	100% PIRACALCO 11H
30	30	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	30	100% PIRACALCO 11H
31	31	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	31	100% PIRACALCO 11H
32	32	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	32	100% PIRACALCO 11H
33	33	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	33	100% PIRACALCO 11H
34	34	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	34	100% PIRACALCO 11H
35	35	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	35	100% PIRACALCO 11H
36	36	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	36	100% PIRACALCO 11H
37	37	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	37	100% PIRACALCO 11H
38	38	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	38	100% PIRACALCO 11H
39	39	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	39	100% PIRACALCO 11H
40	40	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	40	100% PIRACALCO 11H
41	41	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	41	100% PIRACALCO 11H
42	42	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	42	100% PIRACALCO 11H
43	43	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	43	100% PIRACALCO 11H
44	44	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	44	100% PIRACALCO 11H
45	45	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	45	100% PIRACALCO 11H
46	46	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	46	100% PIRACALCO 11H
47	47	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	47	100% PIRACALCO 11H
48	48	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	48	100% PIRACALCO 11H
49	49	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	49	100% PIRACALCO 11H
50	50	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	50	100% PIRACALCO 11H
51	51	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	51	100% PIRACALCO 11H
52	52	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	52	100% PIRACALCO 11H
53	53	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	53	100% PIRACALCO 11H
54	54	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	54	100% PIRACALCO 11H
55	55	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	55	100% PIRACALCO 11H
56	56	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	56	100% PIRACALCO 11H
57	57	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	57	100% PIRACALCO 11H
58	58	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	58	100% PIRACALCO 11H
59	59	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	59	100% PIRACALCO 11H
60	60	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	60	100% PIRACALCO 11H
61	61	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	61	100% PIRACALCO 11H
62	62	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	62	100% PIRACALCO 11H
63	63	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	63	100% PIRACALCO 11H
64	64	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	64	100% PIRACALCO 11H
65	65	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	65	100% PIRACALCO 11H
66	66	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	66	100% PIRACALCO 11H
67	67	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	67	100% PIRACALCO 11H
68	68	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	68	100% PIRACALCO 11H
69	69	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	69	100% PIRACALCO 11H
70	70	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	70	100% PIRACALCO 11H
71	71	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	71	100% PIRACALCO 11H
72	72	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	72	100% PIRACALCO 11H
73	73	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	73	100% PIRACALCO 11H
74	74	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	74	100% PIRACALCO 11H
75	75	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	75	100% PIRACALCO 11H
76	76	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	76	100% PIRACALCO 11H
77	77	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	77	100% PIRACALCO 11H
78	78	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	78	100% PIRACALCO 11H
79	79	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	79	100% PIRACALCO 11H
80	80	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	80	100% PIRACALCO 11H
81	81	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	81	100% PIRACALCO 11H
82	82	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	82	100% PIRACALCO 11H
83	83	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	83	100% PIRACALCO 11H
84	84	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	84	100% PIRACALCO 11H
85	85	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	85	100% PIRACALCO 11H
86	86	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	86	100% PIRACALCO 11H
87	87	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	87	100% PIRACALCO 11H
88	88	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	88	100% PIRACALCO 11H
89	89	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	89	100% PIRACALCO 11H
90	90	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	90	100% PIRACALCO 11H
91	91	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	91	100% PIRACALCO 11H
92	92	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	92	100% PIRACALCO 11H
93	93	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	93	100% PIRACALCO 11H
94	94	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	94	100% PIRACALCO 11H
95	95	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	95	100% PIRACALCO 11H
96	96	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	96	100% PIRACALCO 11H
97	97	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	97	100% PIRACALCO 11H
98	98	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	98	100% PIRACALCO 11H
99	99	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	99	100% PIRACALCO 11H
100	100	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50% PIRACALCO 11H 50% PIRACALCO 11H	50	100	100% PIRACALCO 11H

(a) 80-50 Blend of Mineral Oil 0-40 / Mineral Oil 80-50

WO 02/07791

PCT/US02/1869

Table 8

Example	Comp. Etc.	Layer 1 composition	Layer 2 composition	Layer ratio	Range
	AVA	100% PHMA/COO based 14	100% PHMA/COO based 14	1	50
50		10 parts CARBOLAC 380-13 90 parts PHMA/COO based 14	100% PHMA/COO based 14	30	50
51		10 parts CARBOLAC 380-13 90 parts PHMA/COO based 14	100% PHMA/COO based 14	30	50
52		10 parts CARBOLAC 380-13 90 parts PHMA/COO based 14	100% PHMA/COO based 14	30	50
53		10 parts PHMA/COO based 14 90 parts PHMA/COO based 14	100% PHMA/COO based 14	30	50

(9) Based based of PHMA/COO 3402 / PHMA/COO 3990

Table 9

Example	Comp. Etc.	Water Absorption g	Swell Equilibrium Time, min	Time to the black, min
50	AVA	10.68	<15	150 (1st gel block)
51		80.53	<15	800 (2nd)
52		252.5	<15	300 (4th)
53		257.89	45	90 (5th)
	AVA	100.12	45	90 (5th)

WU 0247711

PCT/US98/21969

Multilayer Films Coated with a Surfactant Solution

Examples 54 to 57 use a 2.0 mil multilayer blown film. The multilayer film comprises as layer 1 a thermoplastic superabsorbent polymer blend comprising 60 weight percent of a 50:50 blend of PRIMACOR 3460 / PRIMACOR 5980 and 40 weight percent CABLOC TS966 F, as layer 2 a LDPE 4005 and as layer 3 PLEXAR 107 an EVA g. MAH from Equistar. The extruder temperature zones for the thermoplastic superabsorbent polymer blend composition (layer 1) range from 250°F to 300°F, the zone temperatures for layer 2 range from 305°F to 310°F and the zone temperatures for layer 3 range from 350°F to 370°F. The thickness ratio for layers 1:2:3 is 30:50:20. Layer 1, the thermoplastic superabsorbent layer, of the multilayer film is sprayed with a surfactant solution ranging from 0 to 8 percent surfactant. The surfactant used for the study is an alcohol ether sulfate. After the film is sprayed, it is placed in an air circulating oven to dry at a temperature of 50°C for 1-2 minutes. Water absorption and rate of absorption is measured according to procedures in the aforementioned section. Table 10 summarizes the water absorption amounts and rates for Examples 54 to 57.

Table 10

Example	Surfactant solution, %	Water Absorption, g	Time to Initial absorption, sec	Time to reach 60% of absorption value, sec	Time to reach maximum absorption value, sec
54	0	1.7	15	60	176
55	2	2.5	0	31	112
56	5	1.8	0	29	160
57	8	1.8	0	27	135

Superabsorbent Film and Metal Laminates

Example 58 is the multilayer film described in Example 53 laminated to 6.0 mils Electrically Chrome Coated Steel (ECCS) via a heat lamination process. The adhesive layer of the film (layer 3) is used to bond the film to the steel surface. The superabsorbent film/metal laminate can find usefulness in power cable and communication cable construction. The metallic substrate can provide shielding and the thermoplastic superabsorbent polymer layer can be used to bond to itself or another substrate and can

WG 4267791

ECT/US9LZ1869

function to stop, block and absorb water in cables. Table 11 shows the adhesion properties for Example 57 superabsorbent film and metal laminates.

Table 11

Example	Film	Metal Type	Peel Strength (lb/inch)	Heat Seal (lb/inch)	Adhesive (lb/inch)
58	Example 55	ECOS	5.0	15.1	51.8

(a) Peel strength and heat seal strength are measured according to ASTM D 733 and heat seal strength is the bond strength of the thermoplastic superabsorbent polymer to metal.
 (b) Jacketing material is ECOS 6085 for metal a modified LLDPE, which is a standard wire and cable jacketing resin manufactured by Union Carbide. Jacket bond is composite of jacketing material and laminate fabricated in a patent press strength measures the force to separate the jacket from the laminate, values is measured according to ASTM D 4362-05 modified to hold the sample at 150°C.
 ECOS = ethylene octadecanoate resin.

Armored Cable

Superabsorbent films were laminated to the ECOS and slit into 2.25 inch wide steel tape. The tape is used to make armored cables Examples 59 to 62. The steel tape is corrugated to 32 corrugations per inch (corrugation can be achieved with or without oil). The corrugated tape is longitudinal formed through a series of forming dies. A PVC jacketed insulated copper pair cable core having an outside diameter of 0.60 inch is placed inside the formed armored tape. A jacketing resin is then extruded onto the formed armor tape to make a final cable having a final outside diameter of 0.742 inch. The final gap between the inner jacket and the armor tape is calculated to be around 0.015 inch (0.381mm).

The performance of cables comprising the thermoplastic superabsorbent polymer laminate (Examples 59 to 62, Table 12) is compared to cables comprising ZETABON CIBS262 armor tape available from the Dow Chemical Company (Comparative Example AAC) and additionally comparing a non-woven superabsorbent tape 3E252 produced by Lantier Inc. (Comparative Example AAD). Non-woven superabsorbent tapes are the wire and cable industry standard for use in dry cable designs. The non-woven superabsorbent tape comprises superabsorbent particles sandwiched between two non-woven materials. For this evaluation, the non-woven superabsorbent tape is helically wrapped around the copper pair cable core before placing the cable core inside the formed armor tape. In the wire and cable industry, the non-woven superabsorbent tape is typically longitudinal formed around the cable core.

WU 01267791

ECT/USMLZ3649

Water blocking performance of the cables is determined by the EIA/TLA-455-82A ("L-test"). The end of the cable core is taped or sealed so that water can not migrate through the wires of the cable core. The cable length is 1 meter, test duration is 24 hours, the water column is 1 meter and time to penetration is measured.

Table 12

Example	Cable Size	Laminate composition			Non-woven tape	Time to penetration
		Film Layer 1	Metallic Core	Film Layer 2		
	AAC	EAA film	6 mil ECGS	EAA film	No	Within 1 minute
	AAS	EAA film	6 mil ECGS	EAA film	Yes	1d
	SE	EAA film	6 mil ECGS	Film 1	No	No penetration
	SE	EAA film	6 mil ECGS	Film 2	No	No penetration
	SE	EAA film	6 mil ECGS	Film 3	No	No penetration
	SE	EAA film	6 mil ECGS	Film 4	No	No penetration

(a) test results vary from no penetration to penetration occurring between 15-24 hours

EAA film = 80% PRIMAACOR 3360 / 10% PE

15 Film 1 composition: Layer 1: 50% - 45 parts CARLOC 850-15 / 55 parts (50% PRIMAACOR 3460/PRIMAACOR 3360)

Layer 2: 50% - 10% ATTANE 4201 / 90% LDPF 681

Layer 3: 20% - PRIMAACOR 3330

Film 2 composition: Layer 1: 20% - 45 parts CARLOC 850-15 / 55 parts (50% PRIMAACOR 3460/PRIMAACOR 3360)

Layer 2: 50% - 10% ATTANE 4201 / 90% LDPF 681

Layer 3: 20% - PRIMAACOR 3330

15 Film 3 composition: Layer 1: 20% - 45 parts CARLOC 850-15 / 55 parts (50% PRIMAACOR 3460/PRIMAACOR 3360)

Layer 2: 50% - 10% ATTANE 4201 / 90% LDPF 681

Layer 3: 80% - PRIMAACOR 3330

20 Film 4 composition: Layer 1: 20% - 45 parts CARLOC 850-15 / 55 parts (50% PRIMAACOR 3460/PRIMAACOR 3360)

Layer 2: 50% - 10% ATTANE 4201 / 90% LDPF 681

Layer 3: 20% - PRIMAACOR 3330

CARLOC 850-15 has a particle size distribution from about 1 to about 25 micrometers

Film Layer 1 is the side of the laminate that is used to bond to the jacketing resin

Film Layer 2 is the side of the laminate that is facing the core

WU 6267791

PCT/US02/1869

Armored Cable with Thermoplastic Superabsorbent Polymer Coated with a Surfactant

Superabsorbent films were laminated to the ECLS. The superabsorbent layer of the film is either pre- or post-coated with an alcohol ether sulfonate surfactant solution. The concentration of the surfactant solution ranges from 2 weight percent to 8 weight percent.

- 5 An antifouling agent, Dow Corning Anti Fouling 1520-US, is also used. The amount of antifouling used is 2500 ppm. The coated laminate is slit into 1.375 inch wide steel tape. The tape is used to make armored cables Examples 63 to 65 (Table 13). The steel tape is corrugated to 32 corrugations per inch (corrugation can be achieved with or without oil). The corrugated tape is longitudinal formed through a series of forming dies. An HDPE core tube, available from United States Plastic Corporation, having an outside diameter of 0.375 inch is placed inside the formed armored tape. A jacketing resin is then extruded onto the formed armor tape to make a final cable. The final gap between the inner jacket and the armor tape is calculated to be around 0.020 inch (0.508mm).

- 15 The performance of cables comprising the thermoplastic superabsorbent polymer laminate (Examples 63 to 65) is compared to cables comprising ZETABON CIBS262 armor tape available from the Dow Chemical Company (Comparative Example AAC).

Water blocking performance of the cables is determined by the EIA/ATA-455-82A ("L-test"). The end of the cable core is taped or sealed so that water can not migrate through the wires of the cable core. The cable length is 1 meter, test duration is 24 hours, the water column is 1 meter and time to penetration is measured.

Table 13

Example	Core, EC	Laminate composition			Surfactant treatment	Time to penetration
		Film Layer 1	Adhesive Coat	Film Layer 2		
	AAC	EAX film	5 wt% ECLS	EAX film		Water 1 minute
63		EAX film	5 wt% ECLS	Film 1	Pre-	Pass
64		EAX film	5 wt% ECLS	Film 2	Pre-	Pass
65		EAX film	5 wt% ECLS	Film 3	Post-	Pass
66		EAX film	5 wt% ECLS	Film 4	Post-	Pass
67		EAX film	5 wt% ECLS	Film 5	Post-	Pass
68		EAX film	5 wt% ECLS	Film 6	Post-	Pass

EAX film = 80% PHEMA/COOR 20% / 70% PE

- 25 Film 1 composition: Layer 1: 50% - 40 parts GABLOC 850-15 / 10 parts (500) PHEMA/COOR 20% / 70% PE
Layer 2: 50% - PHEMA 187

Film 2 composition: Layer 1: 50% - 40 parts GABLOC 75008 / 10 parts (500) PHEMA/COOR 20% / 70% PE
Layer 2: 50% - PHEMA 187

- 30 Layer 3: 50% - PHEMA 187

WU 6247791

ECTUS0021269

Film 3 composition: Layer 1: 30% - 40 parts hexacycl-216 / 60 parts (50% PPMACOR 3400/PPMACOR 8000)
 Layer 2: 50% - 15% EAC
 Layer 3: 20% - 10% EAC

Hexacycl is a crosslinked copolymer of acrylic acid and sodium acrylate supplied by off Atchem ATO

PL 5000 107 is a graft copolymer of acrylic acid supplied by Tochem

Film Layer 1 is the side of the laminate that is closest to the blowing resin

Film Layer 2 is the side of the laminate that is facing the core

Foam Thermoplastic Supercorbust Polymer

Examples 69 to 77 are extruded foams of thermoplastic supercorbust polymer based compositions. About 12 parts per hundred (pph) HCFC 142B physical blowing agent is used. The extruder temperature zones range from 110°C to 150°C and the die temperature range from 85°C to 90°C. The compositions and description of the foam are shown in Table 14. The resulting foams are soft, flexible and non-fragile. The supercorbust particulates are uniformly distributed on the skin and throughout the cell structure of the foam.

Table 14

Example	Thermoplastic supercorbust polymer type	Foam type
69	1	Semi-porous to closed cell foam
70	2	Semi-porous to closed cell foam
71	3	Semi-porous to closed cell foam
72	4	Semi-porous to closed cell foam
73	5	Semi-porous to closed cell foam
74	6	Semi-porous to closed cell foam
75	7	Semi-porous to closed cell foam
76	8	Semi-porous to closed cell foam
77	9	Semi-porous to closed cell foam

1 composition: 10 parts CARBLOC T3000 F / 90 parts (50% PPMACOR 3400/PPMACOR 8000)

2 composition: 10 parts CARBLOC T3000 F / 90 parts (50% PPMACOR 3400/PPMACOR 8000)

3 composition: 10 parts CARBLOC T3000 F / 90 parts (50% PPMACOR 3400/PPMACOR 8000)

4 composition: 10 parts CARBLOC 8014 / 90 parts (50% PPMACOR 3400/PPMACOR 8000)

5 composition: 10 parts CARBLOC 1127 / 90 parts (50% PPMACOR 3400/PPMACOR 8000)

6 composition: 10 parts Hexacycl 216 / 90 parts (50% PPMACOR 3400/PPMACOR 8000)

7 composition: 10 parts Hexacycl 216 / 90 parts (50% PPMACOR 3400/PPMACOR 8000)

8 composition: 10 parts Hexacycl 216 / 90 parts (50% PPMACOR 3400/PPMACOR 8000)

9 composition: 10 parts Hexacycl 216 / 90 parts (50% PPMACOR 3400/PPMACOR 8000)

Hexacycl is a crosslinked copolymer of acrylic acid and sodium acrylate supplied by off Atchem ATO

Hexacycl 216 particle size distribution range from 147 micrometer

Hexacycl 216 particle size distribution range from 147 micrometer

WU 0207771

PCT/US81/21619

The absorption capacity in pure water (WAC) of thermoplastic superabsorbent foam Examples 78 to 80 (Table 15) extruded by the abovementioned extrusion foam process is shown in Table 16. The WAC is measured according to the following procedure: the foam is cut in 0.125 inch by 0.625 in by 0.125 to 0.25 inch and an amount of the cut foam sample determined to contained 0.1 gram of the superabsorbent polymer (based on the percent superabsorbent polymer in the foam composition) weighing W1 is placed in 0.150 liter of distilled water and is shaken on a shaker for 2 hours. The water is filtered from the foam through a 75 micrometer sieve. The weight of the swollen foam (W2) is then measured. The amount of water absorbed, (Wa) is calculated by the following formula:

$$W_a = (W_2 - W_1) \div 10$$

Table 15

Example	Thermoplastic superabsorbent polymer type	Foam	Water absorption, g
78	2	Yes	87
79	3	Yes	67
80	3	Yes	43

2 composition: 80 parts GAILLOC 12066 P / 60 parts (50/50) PPMACOR 3402/PPMACOR 3486
 3 composition: 30 parts GAILLOC 12066 P / 60 parts (50/50) PPMACOR 3402/PPMACOR 3486
 3 composition: 35 parts Harscoxy 3252 / 65 parts (50/50) PPMACOR 3402/PPMACOR 3486

From these data it can be concluded that the extrudable thermoplastic superabsorbent polymer blends of the present invention comprising one or more superabsorbent polymer and one or more thermoplastic resin wherein the thermoplastic resin comprises a functional group that interacts with the superabsorbent polymer yields the best balance of superabsorbent polymer contentment, processability, formability and absorption properties.

It has been found that the present invention provides improved thermoplastic superabsorbent polymer blend compositions and processes for preparing, among other things, monolayer films, multilayer films, nonwoven webs, sheets, foams, profiles, multilayer laminates, fibers, tubes, rods, and pipes. It can be seen that the resulting parts or structures according to the present invention are surprisingly improved by the use of the

WU 0107791

PCT/US80/21869

described extrudable thermoplastic superabsorbent polymer blend compositions and that extruded, shaped or otherwise fabricated articles will ease manufacture, improve performance and reduce costs of absorbent articles constructed therefrom.

WU 0207791

PCTUS80/21869

CLAIMS:

1. An extrudable thermoplastic superabsorbent polymer blend composition comprising
 - (A) one or more superabsorbent polymer and
 - (B) one or more thermoplastic resin comprising a functional group which interacts ionically or covalently with (A).
2. The extrudable thermoplastic superabsorbent polymer blend composition of Claim 1 having a melt draw down rate between about 5 and about 100 feet per minute and a melt tension between about 0.1 and about 10 under temperature and applied load conditions that give a melt flow rate of between about 0.1 and about 300 g/10 min.
3. The extrudable thermoplastic superabsorbent polymer blend composition of Claim 1 wherein the superabsorbent polymer is prepared from water-soluble α,β -ethylenically unsaturated monomers.
4. The extrudable thermoplastic superabsorbent polymer of Claim 3 wherein the α,β -ethylenically unsaturated monomer is a monocarboxylic acid, a vinyl polycarboxylic acid, an acrylamide or mixtures thereof.
5. The extrudable thermoplastic superabsorbent polymer blend composition of Claim 1 wherein the superabsorbent polymer is a cellulosic graft copolymer, a starch graft copolymer, a starch-g-poly(acrylic acid), a polyacrylamide, a polyvinyl alcohol, a poly(acrylic acid), a copolymer of sulfonic acid group containing monomer, or mixtures thereof.
6. The superabsorbent polymer of Claim 5 is crosslinked, partially neutralized, surface treated or combinations thereof.
7. The extrudable thermoplastic superabsorbent polymer blend composition of Claim 1 wherein the thermoplastic resin is a polyacrylic acid, ethylene and acrylic acid copolymer, ethylene, t-butylacrylate and acrylic acid terpolymer, ethylene and methacrylic acid copolymer, isomers of ethylene and methacrylic acid copolymers, ethylene, vinyl acetate and carbon monoxide terpolymer, ethylene and carbon monoxide copolymer, ethylene, acrylic acid and carbon monoxide terpolymers, ethylene, n-butylacrylate and carbon monoxide terpolymer or blends thereof.
8. The extrudable thermoplastic superabsorbent polymer blend composition of Claim 1 further comprising a surfactant.

WU 0247791

PCT/US01/21869

9. The extrudable thermoplastic superabsorbent polymer blend composition of Claims 1, 3 or 8 further comprising a polyethylene, a copolymer of polyethylene, a polypropylene, a copolymer of polypropylene or a polystyrene.
10. A method for preparing an extrudable thermoplastic superabsorbent polymer blend composition comprising the step of combining:
- one or more superabsorbent polymer and
 - one or more thermoplastic resin comprising a functional group which interacts ionically or covalently with (a).
11. The method of Claim 10 further comprising the step of combining (c) a surfactant.
12. A method for producing an extruded or molded article of an extrudable thermoplastic superabsorbent polymer blend composition comprising the steps of:
- preparing an extrudable thermoplastic superabsorbent polymer composition comprising
 - one or more superabsorbent polymer and
 - one or more thermoplastic resin comprising a functional group which interacts ionically or covalently with (a) and
 - extruding or molding said thermoplastic superabsorbent polymer composition into an extruded or molded article.
13. The method of Claim 12 wherein the superabsorbent polymer composition further comprising (c) a surfactant.
14. The method of Claims 12 or 13 wherein the extruded article is a monolayer film, a multilayer film, a nonwoven web, a sheet, a foam, a profile, a multilayer laminate, a fiber, a tube, a rod or a pipe.
15. The method of Claims 12 or 13 wherein the extruded article is a monofilament fiber, a biocomponent monofilament fiber, a spun bond nonwoven web, a melt blown nonwoven web, or a composite comprising combinations thereof.
16. The method of Claims 12 or 13 wherein the extruded article is a nonwoven web comprising a spun bond nonwoven web comprising one or more biocomponent fiber, a melt blown nonwoven web comprising one or more biocomponent fiber, or a composite structure comprising at least one layer of one or more spun bond nonwoven web and at least one layer of one or more melt blown nonwoven web wherein one or more layers of the composite comprise biocomponent fibers.

W/O 0207791

PCT/US02/1869

17. The composition of Claims 1 or 6 in the form of an extruded or molded article.
18. The extruded or molded article of Claim 17 is a monolayer film, a multilayer film, a nonwoven web, a sheet, a foam, a profile, a multilayer laminate, a fiber, a tube, a rod or a pipe.
19. The extruded or molded article of Claim 17 is a monofilament fiber, a biocomponent monofilament fiber, a spun bond nonwoven web, melt blown nonwoven web, or a composite comprising combinations thereof.
20. The extruded or molded article of Claim 17 is a nonwoven web comprising a spun bond nonwoven web comprising one or more biocomponent fiber, a melt blown nonwoven web comprising one or more biocomponent fiber, or a composite structure comprising at least one layer of one or more spun bond nonwoven web and at least one layer of one or more melt blown nonwoven web wherein one or more layers of the composite comprise biocomponent fibers.
21. The monolayer film or multilayer film of Claim 18 laminated to a metal.
22. A power cable comprising the metal laminate of Claim 21.
23. A communications cable comprising the metal laminate of Claim 21.
24. A power cable comprising the monolayer film or multilayer film of Claim 18.
25. A communications cable comprising the monolayer film or multilayer film of Claim 18.
26. A disposable absorbent device comprising an extruded or molded article of Claim 18.
27. The disposable absorbent device of Claim 26 is a diaper, a sanitary napkin, a tampon, an incontinence product, a hospital gown or a bed pad.
28. A disposable absorbent device comprising an extruded or molded article of Claim 19.
29. The disposable absorbent device of Claim 28 is a diaper, a sanitary napkin, a tampon, an incontinence product, a hospital gown or a bed pad.
30. A disposable absorbent device comprising an extruded or molded article of Claim 20.
31. The disposable absorbent device of Claim 30 is a diaper, a sanitary napkin, a tampon, an incontinence product, a hospital gown or a bed pad.

【国際公開パンフレット（コレクション）】

(12) INTERNATIONAL APPLICATION PUBLISHED UNDER THE PATENT COOPERATION TREATY (PCT)

(19) World Intellectual Property Organization
International Bureau



INTERNATIONAL PATENT COOPERATION TREATY (PCT)

(43) International Publication Date
21 January 2002 (31.01.2002)

PCT

(10) International Publication Number
WO 02/07791 A3

- (51) International Patent Classification:
A61L 15/04, 15/22, B32B 2030
- (31) International Application Number: PCT/US02/18099
- (32) International Filing Date: 11 July 2001 (11.07.2001)
- (33) Filing Language: English
- (34) Publication Language: English
- (36) Priority Data:
00/281,520 24 July 2000 (24.07.2000) US
- (71) Applicant: BOW CHINA TECHNOLOGIES INC.
1350 N.E. Washington Street, 1700 Building, Midland, MI 48601 (US)
- (72) Inventor: ALEXANDER, Paul; 2001 North Tappan Drive, Midland, MI 48601 (US)
- (74) Agent: CHRISTY, AL, Roberts, The Dow Chemical Company, Intellectual Property, P.O. Box 1902, Midland, MI 48641-1902 (US)
- (84) Designated States (episodes): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, GB, GR, GU, HK, HN, HU, IL, IN, JP, KE, KG, KM, KN, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MY, NZ, NI, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SA, SE, SG, SI, SK, SL, ST, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW.
- (84) Designated States (episodes): AR, AU, CA, CH, CN, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, GU, HK, HN, HU, IL, IN, JP, KE, KG, KM, KN, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MY, NZ, NI, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SA, SE, SG, SI, SK, SL, ST, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW.
- with international search report
before the expiration of the time limit for amending the claims and/or the establishment of the text of the claims of amendments
- (88) Date of publication of the international search report: 22 April 2002
- For two-letter codes and other abbreviations, refer to the "Guidance Notes on Codes and Abbreviations" appearing at the beginning of each regular issue of the PCT Gazette.

WO 02/07791 A3

(84) Title: THERMOPLASTIC SUPERABSORBENT POLYMER BLEND COMPOSITIONS AND THEIR PREPARATION

(87) Abstract: An absorbable thermoplastic superabsorbent polymer blend composition is disclosed. The blend compositions are especially well suited for preparation of absorbent or releasable structures such as multilayer films, multilayer films, absorbent wads, sheets, tissue, profiles, wicking structures, fibers, tubes, rods or pipes which in turn are well suited for preparation of parent and/or intermediate catheters or disposable sheath structures such as catheters, urinary catheters, surgical instruments, surgical gloves or bed pads.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Int. Patent Application No.
PCT/US 01/21869

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 7 COBL101/14 A61L15/60 A61L15/22 832827/30

According to International Patent Classification (IPC) or its 30% related equivalents and ICD-10, ICD-9, DSM-IV, DSM-5, and ICD-11.

Minimum documentation required: 1. Software system is made by "IBM/AS/400" system
IPC 7 COBL COB3 A63L COB6 032B

† Significant differences were found between the two groups concerning the use of the internet for seeking information on the topic of the study (table 1). The results are not shown.

EPO-Internal, WPI Data, PAJ, COMPENDEX

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category 1	Creation of documents with a duration, when, appropriateness of the relevant provisions
------------	---

Exposure to child labor.

X	WO 91 18042 A (DOM CHEMICAL CO) 28 November 1991 (1991-11-28) claims 1.7.8 page 3. line 6 - line 14	1.3-8, 10, 17, 18, 26, 27
X	WO 99 57201 A (FULLER IN LICENSING FINANC ARMED SHAFR U) (US); CLAPP LESLIE J (U) 11 November 1999 (1999-11-11) claims 1.2, 10, 13, 25, 26	1.7, 10, 14, 18
X	WO 92 15680 A (MOVAMONT SPA) 12 November 1992 (1992-11-12) claims 1.26	1.5
A	EP 0 272 682 A (KIMBERLY CLARK CO) 29 June 1988 (1988-06-29)	1

Y \mathcal{G} is a group with n elements and \mathcal{H} is a subgroup of \mathcal{G} . Then \mathcal{H} is a normal subgroup of \mathcal{G} if and only if \mathcal{H} is a union of conjugacy classes of \mathcal{G} .

 Parent/family reminders are listed in arrow.

^a Significant differences at $p < 0.05$ are indicated.

*It is assumed during the general state of the art review that the information is not of particular relevance.

15.10.2014

112. ¹ *See* *United States v. Smith*, 199 F.3d 1041, 1044 (9th Cir. 2000) (quoting *United States v. Smith*, 199 F.3d 1041, 1044 (9th Cir. 2000)).

101 Resource distribution prior to the disturbance being close to

ONCE OF THE ACTIVE DISSEMINATION OF THE INFORMATION SEARCH

[illegible]

1. The structural perspective says the international law code is piecemeal and not in accord with the approach we need to understand the principle or theory underlying the doctrine.

²¹ According to (a) Zwingli's statement, the church's members could not be considered equal to Christ in, manifested in the same manner as Christ himself.

F does not refer to particular individuals; the changed location caused by contraction is generic in meaning. *Opp* stands for

discharge a compound with one or more other given compounds. Such information may be useful to a person skilled in the art.

Use of history of the individual is not a goal

20 February 2002

06/03/2002

Name and mailing address of the ISA
European Patent Office, P.O. Box 1501
65001, 20501 TX Houston
Tel. (713) 755-2000 Ex. 21-8011 (attent.)

4/24/2001 1:00 PM

Hillebrand, G.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Inventor(s)
PCT/US 01/21869

Classification: DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Character of document not in claim areas appropriate, in the relevant passages	Referred to class No.
A	<p>IP 0 338 393 A (KIMBERLY CLARK CO) 25 October 1989 (1989-10-25) claim 1</p>	1

1

IPC Class. Subclass. No. 01/21869

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

No. Invent Application No.

PCT/JP 01/21069

Patent document into which search report	Publication date	Patent family member	Publication date
NO 9118042	A	28-11-1991	AU 7863091 A
			CA 2062623 A1
			EP 0530231 A1
			WO 9118042 A1
NO 9957201	A	11-11-1999	AU 3891899 A
			BR 9910261 A
			CN 1308654 A
			EP 1084194 A1
NO 9219680	A	12-11-1992	WO 9957201 A1
			EP 0525245 A1
			IT 1245465 B
			IT 1264693 B
			IT 1263114 B
			AT 155161 T
			AU 658180 B2
			AU 1650992 A
			AU 656207 B2
			AU 2068292 A
			BR 9203064 A
			BR 9205250 A
			CA 2074649 A1
			CA 2060994 A1
			CN 1071180 A
			CN 1077966 A, B
			CN 9202396 A3
			CZ 281740 B6
			CZ 9203001 A3
			DE 9219021 U1
			DE 69220754 01
			DE 69220754 T2
			DE 539541 T1
			DE 539541 T3
			NO 9219680 A1
			EP 0338541 A1
			ES 2103843 T3
			FI 925978 A
			GB 3020070 T3
			HU 216971 B
			JP 5228208 A
			JP 2527523 B2
			JP 650676 T
			KR 9600112 B1
			LV 12151 A
			LV 12151 B
			NO 925049 A
			PL 295469 A1
			RU 2095379 C1
			SK 390192 A3
			RU 2089151 C1
			US 5386770 A
			US 5412005 A
			AT 127034 T
			DE 69204351 01
			DE 69204351 T2
			DK 512360 T3
			EP 0312360 A1

PCT/JP 01/21069 (JP 01/21069)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

No. Serial Application No.

Information on patent family members

PCT/US 01/21869

Foreign document code of search report		Publication date		Publication number	Publication date
M3 9211650	A		ES	2077280 T3	16-11-1995
			GR	3017513 T3	31-12-1995
			JP	3225085 B2	05-11-2001
EP 0272682	A	29-06-1988	US	4847141 A	11-07-1989
			US	4820577 A	11-04-1989
			US	4767825 A	30-08-1988
			US	4802508 A	21-02-1989
			EP	0272682 A2	29-06-1988
			US	4963538 A	10-10-1990
			AU	658753 B2	27-04-1995
			AU	3830993 A	22-07-1993
			AU	638300 B2	24-06-1993
			AU	6825790 A	26-04-1991
			AU	632989 B2	21-01-1993
			AU	6291867 A	30-06-1988
			CA	1317694 A1	11-05-1993
			CA	1319817 A2	06-07-1993
			CR	9700469 B1	13-01-1997
			KR	9705111 B1	12-04-1997
			US	4828911 A	09-05-1989
EP 0138393	A	25-10-1989	US	4920168 A	24-04-1990
			US	4923914 A	08-05-1990
			AT	172462 T	15-11-1988
			AU	630346 B2	29-10-1992
			AU	3270409 A	19-10-1989
			CA	1339509 A1	21-10-1987
			DE	68928836 D1	26-11-1998
			DE	68928836 T2	11-03-1999
			EP	0338393 A2	25-10-1989
			ES	2123491 T3	16-01-1999
			JP	2041368 A	13-02-1990
			JP	3105219 B2	30-10-2000
			YR	134625 B1	20-04-1998
			KR	134667 B1	20-04-1998
			US	5057262 A	15-10-1991
			US	5120888 A	09-06-1992

For information of the applicant, the following information is provided:

page 2 of 2

フロントページの続き

(51) Int. Cl. ⁷

F I

テーマコード (参考)

// A 6 1 F 5/44

A 6 1 F 5/44

H

(81) 指定国 AP (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), EA (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), EP (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR), OA (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, UZ, YU, ZA, ZW

(特許庁注：以下のものは登録商標)

テフロン

(74) 代理人 100081330

弁理士 樋口 外治

(72) 発明者 アチル, フェリックス

アメリカ合衆国, ミシガン 4 8 6 4 2, ミッドランド, ノース テュペロ ドライブ 2 8 6 1

F ターム (参考) 3B029 BA18

4C003 AA23

4C098 AA09 DD05 DD10 DD13 DD14 DD25 DD27 DD30

4J002 AB01W AB04W BB06X BE02W BF03X BF06X BG01W BG05X BG13W CJ00X

FD316 GB00 GB01 GF00 GG01 GG02